

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS

**MODIFICAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA SUPERFÍCIE DE COMPONENTES
METÁLICOS VIA PULVERIZAÇÃO CATÓDICA EM PLASMA: PROJETO DE
EQUIPAMENTO E DESENVOLVIMENTO DE PROCESSO**

Dissertação de mestrado apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em Ciência
e Engenharia de Materiais, para a
obtenção do grau de Mestre em Ciência
e Engenharia de Materiais.

GISELE HAMMES

Orientador: Aloísio Nelmo Klein, Dr. Ing.

Co-orientadores: Joel Louis Rene Muzart, Dr. Sc.†

Henrique Cezar Pavanati, Dr. Eng.

Florianópolis, agosto de 2006

Aos meus pais Antônio e Márcia
ao meu esposo Cristiano
e ao meu filho Vicente.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por suas bênçãos em minha vida.

Ao meu amado esposo e colega, Cristiano Binder, pelo auxílio na realização deste trabalho; e, principalmente, por todo amor, apoio e incentivo, que tornaram meus momentos ao longo do mestrado mais agradáveis.

Ao meu filho querido, Vicente, pelo carinho e compreensão ao longo deste período.

Aos meus pais, Antônio Ervino Hammes e Márcia Zimmermann Hammes, fundamentais na minha formação, que tanto me incentivaram e me permitiram chegar até aqui.

Aos meus irmãos e cunhados, Alex e Alessandra, Luciana e Alexandre e Isabel e Rafael, que acompanharam meu desenvolvimento, pelo apoio que sempre me deram.

Ao Prof. Aloísio Nelmo Klein, pela competente orientação e apoio no desenvolvimento deste trabalho, bem como pela oportunidade oferecida.

Ao Prof. Joel Louis René Muzart (*in memoriam*), por suas fundamentais contribuições, que me ajudaram no desenvolvimento do trabalho e na minha formação acadêmica.

Ao co-orientador e colega Dr. Henrique Cezar Pavanati, por sua pronta disponibilidade em discussões realizadas ao longo do trabalho.

Aos professores José Daniel Biasoli de Mello e Hazim Ali Al-Qureshi, e a Roberto Binder, líder do laboratório de materiais da EMBRACO, pelas discussões e contribuições ao trabalho.

Aos membros da banca, professores Wido Herwig Schreiner, Ana Maria Maliska e Alexandre Lago, pela colaboração e pelas contribuições feitas a este trabalho.

Aos colegas da pós-graduação e do LabMat, Cynthia, Fábio, Galiotto, Roberto, Davi, Deise, Zeca, Suzy, Moisés, Mafra, Allan, Misleine e Patrícia, pelos momentos de descontração e discussões. Aos alunos Leonardo, André, Marcelo, Vagner, Felipe, Mateus, Nabil e Palloma, pelo auxílio na realização dos trabalhos realizados.

Ao CNPq, que forneceu o incentivo financeiro para a realização do mestrado. À empresa EMBRACO S.A. e à FINEP, pelo financiamento do projeto, que proporcionou a realização deste trabalho.

À Universidade Federal de Santa Catarina e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, instrumentos da minha formação acadêmica.

E a todos que, de maneira direta ou indireta, auxiliaram na execução deste trabalho.

SUMÁRIO

Agradecimentos.....	iii
Sumário.....	v
Lista de figuras.....	viii
Lista de tabelas.....	x
Resumo.....	xi
Abstract.....	xiii
1 Introdução	1
2 Metalurgia do pó ferrosa.....	4
2.1 Etapas básicas do processamento	4
2.1.1 Obtenção dos pós	5
2.1.2 Mistura dos pós.....	5
2.1.3 Moldagem dos pós	5
2.1.4 Sinterização.....	6
2.2 Elementos de liga na MPF	7
2.2.1 O sistema Fe-Mo.....	8
3 Plasmas pouco ionizados	10
3.1 Descargas elétricas.....	10
3.2 Reações no plasma.....	13
3.3 Interação plasma-superfície próximo ao cátodo	14
3.4 Interação plasma-superfície próximo ao ânodo	17
3.5 Processamento de materiais em descarga DC.....	18
4 Metodologia de projetos	20
4.1 Projeto informacional	22
4.2 Projeto conceitual	22
4.3 Projeto preliminar	23
4.4 Projeto detalhado	23
5 Projeto do reator de processamento a plasma	24
5.1 Planejamento do projeto	24
5.2 Projeto Informacional	26
5.2.1 Problema do projeto.....	27
5.2.2 Características do Produto	27
5.2.3 Definição de clientes.....	27

5.2.4	Casa da Qualidade	28
5.2.4.1	Necessidades dos clientes	28
5.2.4.2	Requisitos da Qualidade	31
5.2.4.3	Relacionamento entre NC's e RQ's	31
5.2.4.4	Telhado da Casa	33
5.2.4.5	Valor de Importância dos RQ's	33
5.2.5	Especificações de projeto	33
5.3	Projeto conceitual	35
5.3.1	Estrutura funcional	35
5.3.2	Câmara	39
5.3.3	Suporte de tratamento	40
5.3.4	Fonte de plasma	40
5.3.5	Sistema de aquecimento resistivo	41
5.3.6	Sistema de gases/vácuo	41
5.3.7	Sistema de elevação	41
5.3.8	Sensores	41
5.4	Projeto detalhado	42
5.5	Produto final	44
5.6	Testes de funcionamento do reator	45
6	Enriquecimento da superfície com molibdênio	48
6.1	Procedimento experimental	48
6.1.1	Obtenção dos componentes ferrosos	48
6.1.2	Experimentos de enriquecimento da superfície com Mo	49
6.1.2.1	Estudo da variação da configuração dos eletrodos	49
6.1.2.2	Estudo da variação da temperatura de enriquecimento	50
6.1.2.3	Estudo do efeito da energia de bombardeamento	51
6.1.3	Caracterização microestrutural das amostras processadas	51
6.1.3.1	Preparação metalográfica	51
6.1.3.2	Microscopia ótica	51
6.1.3.3	Microscopia eletrônica de varredura	51
6.2	Resultados e discussões	52
6.2.1	Efeito da configuração dos eletrodos	53
6.2.2	Efeito da temperatura	57
6.2.3	Efeito da energia de bombardeamento	60
6.2.4	Modificações na área catódica	62
7	Conclusões e sugestões	65
7.1	Conclusões	65
7.1.1	Conclusões do projeto do reator	65

7.1.2 Conclusões dos resultados obtidos nos estudos de enriquecimento da superfície com Mo.....	65
7.2 Sugestões para trabalhos futuros.....	66
Referências bibliográficas	68

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Efeito endurecedor de elementos de liga na ferrita (THELNING, 1984). ...	8
Figura 2.2 – Diagrama de fase binário Fe-Mo (ASM HANDBOOK, 1992).....	8
Figura 3.1 – Curva característica corrente-tensão dos regimes de descarga elétrica (JONES, 1975).....	10
Figura 3.2 – Distribuição do potencial do plasma (adaptado de CHAPMAN, 1980). ...	12
Figura 3.3 - Principais reações que ocorrem próximo ao cátodo (PAVANATI, 2005). ..	15
Figura 3.4 - Principais reações que ocorrem próximo ao ânodo (PAVANATI, 2005). .	18
Figura 4.1 – Metodologia de projeto segundo Pahl e Beitz (1996), adaptado por Ogliari (1999).....	21
Figura 4.2 – Modelo de processo de projeto (OGLIARI, 1999).....	22
Figura 5.1 – Gráfico de <i>Gantt</i> para o projeto do reator de enriquecimento.....	26
Figura 5.2 – Casa da qualidade para o projeto do reator.	32
Figura 5.4 – Desenho 3D da câmara de tratamento.....	42
Figura 5.5 – Corte da câmara de tratamento.....	43
Figura 5.6 – Esquema da câmara de tratamento.	43
Figura 5.7 – Leiaute do equipamento.	44
Figura 5.8 – (a) Reator a plasma e (b) detalhe do suporte para enriquecimento da superfície de buchas.....	44
Figura 5.9 – Elementos resistivos do reator.....	45
Figura 5.10 – Ciclo térmico de aquecimento com taxa máxima de aquecimento.	45
Figura 5.11 – Micrografia da seção transversal da amostra teste.	47
Figura 5.12 – Perfil de concentração do Mo na amostra teste.....	47
Figura 6.1 – Esquema do suporte de tratamento.....	49
Figura 6.2 – Disposição das amostras no suporte de tratamento.....	50
Figura 6.3 – Regiões de análises (a) nas buchas e (b) nas amostras cilíndricas.	52
Figura 6.4 - Micrografias das superfícies das amostras sinterizadas em (a) cátodo, (b) ânodo e (c) potencial flutuante.....	53
Figura 6.5 – Perfis de concentração de Mo (a) no topo e (b) na lateral das amostras. ...	54
Figura 6.6 – Micrografia da seção das amostras sinterizadas e enriquecidas, no topo, posicionadas em (a) cátodo, (b) ânodo e (c) potencial flutuante; e região lateral, (d) cátodo, (e) ânodo e (f) potencial flutuante.....	55

Figura 6.7 – Desenho esquemático do processo de enriquecimento superficial em (a) cátodo e (b) ânodo e potencial flutuante.....	56
Figura 6.8 - Micrografias das superfícies das amostras enriquecidas em -700 V em (a) 800°C, (b) 1000 °C e (c) 1150 °C.....	58
Figura 6.9 – Perfis de concentração de Mo nas amostras tratadas em potencial de 700 V a 800, 1000 e 1150 °C.....	59
Figura 6.10 – Camadas enriquecidas em diferentes regiões ao longo da bucha.....	59
Figura 6.11 – Perfil de concentração de Mo das amostras enriquecidas a 1150 °C em 500 V e 700 V.....	60
Figura 6.12 – Micrografias das superfícies das amostras enriquecidas a 1150 °C em (a) 500 V e (b) 700 V; e a 800°C em (c) 500 V e (d) 700 V.....	61
Figura 6.13 – Distribuição de tamanho dos aglomerados depositados na superfície das amostras enriquecidas em 500 e 700 V a 1150 °C (a) e 800 °C (b).	62
Figura 6.14 – Modificações no suporte de tratamento.....	62
Figura 6.15 – Camadas enriquecidas em diferentes regiões ao longo da bucha.....	63
Figura 6.16 – Perfis de concentração de Mo com variação da pressão.	64

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Coeficientes de difusão volumétrica para o ferro e molibdênio a 800, 1000 e 1150 °C (BRANDES e BROOK, 1992; ALBERRY e HAWORTH, 1974).	9
Tabela 5.1 – atividades do projeto do reator de enriquecimento de superfície.	25
Tabela 5.2 – Especificações de projeto.....	33
Tabela 5.3 – Matriz morfológica para o reator.	37
Tabela 5.4 – Pressões e/ou temperatura máxima de trabalho.	46
Tabela 5.5 – Parâmetros do ciclo de teste de enriquecimento da superfície.	46
Tabela 6.1 – Concentração de Mo na superfície das amostras tratadas em 700 V.....	57
Tabela 6.2 – Parâmetros de plasma após modificações no suporte.	63

RESUMO

Esta dissertação descreve o desenvolvimento de um novo reator de plasma, projetado especificamente para o uso da pulverização catódica que ocorre em descarga elétrica em regime anormal, para promover a modificação da composição química da superfície de peças (enriquecimento da camada da superfície com elementos de liga). No caso de componentes obtidos via metalurgia do pó, é possível processar o enriquecimento durante a etapa de sinterização ou, também, em um tratamento específico após a sinterização. Em um reator de plasma é gerado calor em consequência da colisão de íons e átomos neutros rápidos contra o cátodo da descarga. Quando a única fonte de geração de calor no reator é a descarga elétrica, a temperatura alcançada é função dos parâmetros da descarga, isto é, a voltagem aplicada, a pressão do gás (ou mistura gasosa), a densidade de corrente e outros parâmetros do processo. Para possibilitar variar a temperatura independentemente dos parâmetros de condução da descarga elétrica, o equipamento projetado e construído possui, dentro da mesma câmara, o sistema de eletrodos na geometria de ânodo-cátodo confinado para a geração do plasma e um sistema de aquecimento resistivo auxiliar. Uma vez que a voltagem aplicada às resistências elétricas é baixa (10 a 60 V), não ocorre interferência do sistema de aquecimento resistivo na descarga elétrica gerada entre cátodo e ânodo. O trabalho compreendeu estudos teóricos sobre metalurgia do pó, plasma e metodologia de projetos, bem como a aplicação dos mesmos para a elaboração do projeto. Adotou-se uma metodologia de projetos de produtos industriais baseada nos conceitos implementados por *Pahl & Beitz*, que corresponde à sequência de fases: projeto informacional, a partir do qual se obtêm informações necessárias no processo de tomada de decisões; projeto conceitual, no qual a concepção do produto é escolhida de forma a melhor atender às necessidades requeridas; e na fase do projeto detalhado são elaborados os desenhos técnicos, com suas tolerâncias, bem como são definidas as instruções para a execução do mesmo. Foram também realizados estudos sistemáticos do processo de enriquecimento da superfície com molibdênio de amostras de ferro puro durante sinterização a plasma ou após sinterização. Foram avaliados os efeitos da

energia de bombardeamento dos íons, da temperatura de tratamento, da configuração do potencial de plasma na deposição de Mo. Os resultados demonstram que o equipamento desenvolvido é adequado para o uso da pulverização catódica de descarga elétrica anormal para produzir modificação da composição química da superfície de peças, quando os parâmetros do processo são variados de forma controlada.

ABSTRACT

This dissertation describes the development of a new plasma reactor, specifically projected for cathodic sputtering using abnormal glow discharge in order to promote the chemical composition modification on the surface of components (outer layer enrichment with alloying elements). In the case of components produced by powder metallurgy, it is possible achieve the enrichment during the sintering step or else, in a specific treatment after sintering. In a plasma reactor, the cathode is heated by the bombardment of ions and fast neutral atoms. When the only source of heat in the reactor is the electrical discharge, the reached temperature is function of the discharge parameters, i.e., the applied voltage, the gas pressure (or gaseous mixture), the current density and other plasma parameters. In order to vary the temperature independently from plasma discharge parameters, the projected and constructed equipment has, in the same reactor chamber, the electrode system in the anode-cathode confined geometry to generate the plasma and an auxiliary electrical resistive heating system. Since the voltage applied to the resistive heating elements is low (10 the 60 V), there is no interference of the resistive heating system in electrical discharge generated between cathode and anode. The work involved theoretical studies on powder metallurgy, plasma and project methodology, as well as the application of the same ones for the elaboration of the project. A project methodology of industrial products based in the concepts implemented for Pahl & Beitz was adopted. Such a methodology corresponds to the sequence: informational project, essential to taking decisions; conceptual project, in which the product concept is chosen with the aim of attending the required necessities; in the detailed project the drawings are elaborated, with its tolerances, and instructions for the execution of project are defined. Also, systematic studies of the surface molybdenum enrichment process of iron samples had been carried out during plasma sintering or after sintering. The effect of ion bombardment energy, treatment temperature and plasma potential configuration in the Mo deposition had been evaluated. The results demonstrate that the developed equipment is appropriate for cathodic sputtering in abnormal electric discharge to produce modification of the surface chemical composition of parts, controlling the process parameters.

1 INTRODUÇÃO

Plasmas pouco ionizados, com grau de ionização (fração das espécies neutras originais que foram ionizadas) $\eta=10^{-4}$ a $\eta=10^{-6}$, têm sido utilizados por diversos pesquisadores para processar componentes produzidos por metalurgia do pó (MUZART et al., 1997; BATISTA et al., 1998; BRUNATTO, 2000; PAVANATI, 2005). Na maior parte das aplicações, são utilizadas misturas gasosas de hidrogênio e argônio: o primeiro é empregado por ter características redutoras, ativando a sinterização e melhorando a estabilidade da descarga elétrica; o segundo, por provocar um aquecimento eficiente devido à sua elevada massa atômica.

Dentre as diversas técnicas utilizadas para sinterizar compactados verdes, pode-se citar a sinterização em fornos resistivos, a sinterização ativada (*plasma activated sintering* - PAS e *spark plasma system* - SPS), sinterização com laser, sinterização por plasma em descarga DC ou ainda em plasma de microondas. Quando utilizada descarga DC na sinterização, a amostra pode ser processada no cátodo (MUZART et al., 1997; BATISTA, 1998), ânodo (LAWALL, 2001), ou em uma geometria de cátodo oco (BRUNATTO, 2000; ALVES JR et al., 2003). Estas técnicas, utilizando plasmas e laser, têm sido utilizadas para sinterização de materiais metálicos e cerâmicos. No caso de materiais metálicos, a maioria dos estudos se concentrou na metalurgia do pó ferrosa, isto é, na sinterização de compactados de ferro puro e ligas ferrosas/aços.

Na metalurgia do pó ferrosa, ou seja, no desenvolvimento de aços sinterizados, a adição controlada de elementos de liga ao pó de ferro (componente principal da mistura) é uma das técnicas mais utilizadas para se atingir propriedades requeridas do material sinterizado. Os elementos de liga mais frequentemente adicionados ao pó de ferro para produzir os aços sinterizados são: C, Cu, Ni, P e Mo. Outros elementos como Cr, Mn, V, Si têm sido muito estudados na metalurgia do pó ferrosa, mas seu uso na prática é limitado devida à sua elevada afinidade com o oxigênio, necessitando de atmosferas de sinterização muito puras, ou seja, atmosferas com baixíssimo potencial químico de oxigênio para evitar a oxidação destes elementos de liga.

Nos últimos anos, uma nova forma de adição de elementos de ligas em componentes sinterizados vem sendo estudada e desenvolvida pelos pesquisadores do Laboratório de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina (LabMat). Nesta nova técnica, realizada em reator a plasma, átomos de elementos de liga são pulverizados do cátodo do suporte de processamento, pelo bombardeamento de íons e átomos neutros rápidos. Os átomos pulverizados se depositam na superfície dos componentes compactados durante a sua sinterização e difundem para o seu interior, formando uma camada de ordem micrométrica enriquecida com os elementos de liga pulverizados no cátodo. Esta alteração da composição química em uma camada da superfície permite a obtenção de propriedades distintas entre a superfície e o núcleo de componentes sinterizados, resultando em uma melhoria de seu desempenho como, por exemplo, maior resistência ao desgaste e/ou corrosão.

Os estudos conduzidos no LabMat envolvendo o enriquecimento da superfície de componentes na sinterização assistida por plasma (ou mesmo como etapa adicional à sinterização), foram realizados em reatores de escala laboratorial, tendo como única fonte de aquecimento o calor gerado pelo próprio plasma. O estudo sistemático do processo de enriquecimento da superfície via pulverização catódica utilizando os reatores citados, ou seja, reatores sem um sistema de aquecimento resistivo auxiliar mostrou-se limitado, pois não permite variar a temperatura de tratamento sem alterar os parâmetros de plasma. Por exemplo, para se atingir a temperatura desejada, é necessário variar a tensão da fonte de plasma e a pressão da câmara de tratamento em conjunto. A alteração destes dois parâmetros produz variação da temperatura e da taxa de pulverização catódica, simultaneamente.

Com o intuito de solucionar este problema, a presente pesquisa teve como objetivo principal a construção de um reator a plasma com aquecimento auxiliar resistivo e o processamento com enriquecimento da superfície, via pulverização catódica, de compactados verdes durante sua sinterização assistida por plasma, ou mesmo de componentes já no estado sinterizado (tratamento pós-sinterização). Este novo equipamento permite variar os principais parâmetros de processamento de forma independente, bem como obter maior homogeneidade térmica durante o tratamento.

Para atingir tal objetivo, foram realizadas as seguintes etapas:

- Projeto do reator de enriquecimento da superfície, utilizando ferramentas de metodologia de projetos, com a finalidade de otimizar os recursos disponíveis;
- Construção e testes de funcionamento;
- Realização de estudos sistemáticos do processo de enriquecimento da superfície, utilizando como elemento de liga o molibdênio.

2 METALURGIA DO PÓ FERROSA

A metalurgia do pó ferrosa (MPF) é a técnica de produção de componentes ferrosos a partir do pó. Este processo tem como principal vantagem a possibilidade de obtenção de peças na geometria, dimensões e microestrutura já no estado final previsto no projeto do componente. Além disso, o consumo de energia é baixo e o desperdício de matéria prima mínimo. A metalurgia do pó é indicada principalmente para a produção de peças de pequeno porte e em grandes séries, de geometria de média complexidade e geralmente de baixa a média dureza.

Além da necessidade de diminuição de custos de fabricação e do crescimento da demanda por peças, os avanços na produção de pós, ligantes, lubrificantes, técnicas de compactação e de sinterização alcançados nas últimas três décadas impulsionaram o crescimento da MPF (NARASIMHAN, 2001).

Cerca de 70% das aplicações da MPF estão na indústria automobilística, existindo ainda outros campos de aplicação, como por exemplo, a fabricação de ferramentas e equipamentos esportivos, aparelhos domésticos, “*hardware*”, equipamentos industriais, materiais para escritório e outros (KASOUF; APELIAN e GUMMESON, 2002).

2.1 ETAPAS BÁSICAS DO PROCESSAMENTO

As etapas básicas no processamento de componentes a partir do pó são: produção dos pós, escolha e mistura dos pós, compactação/moldagem dos pós, sinterização do compactado (GERMAN, 1994). Após a sinterização as peças podem ser submetidas a outros processamentos como calibração, forjamento, tratamentos térmicos ou termoquímicos, dependendo das propriedades requeridas.

2.1.1 Obtenção dos pós

Existem vários processos desenvolvidos para a obtenção de pós metálicos, que podem ser agrupados em processos mecânicos, físicos, químicos ou eletrolíticos. No entanto, a escolha do processo mais adequado depende fundamentalmente das características requeridas do pó e do conjunto de propriedades mecânicas, físicas e químicas do material (KLEIN, 2004). As tecnologias mais utilizadas para a fabricação de pó de ferro são: atomização de metal fundido e redução de óxido de ferro no estado sólido via carbono ou hidrogênio (LENEL, 1980). Nos últimos 15 anos, em função do crescimento da moldagem de pós metálicos por injeção, a utilização o processo de obtenção de pó de ferro via processo carbonila vem crescendo substancialmente. Estes pós são utilizados devido ao reduzido tamanho de partícula e à geometria esférica dos mesmos.

2.1.2 Mistura dos pós

Nesta etapa do processo são adicionados ao pó de ferro os elementos de liga e o lubrificante sólido. Este tem como função diminuir o atrito das partículas com a parede da matriz e das partículas entre si, durante a compactação, bem como diminuir a carga de extração, uma vez que o compactado verde possui resistência muito baixa, o que o torna susceptível ao trincamento quando a extração é dificultada. Os lubrificantes mais utilizados geralmente são encontrados na forma sólida (ex.: estearato de zinco) e são facilmente removidos por volatilização durante a etapa de sinterização (KLEIN, 2004).

2.1.3 Moldagem dos pós

Na etapa de moldagem são conferidas ao volume de pó a forma, com dimensões próximas às das finais, e a resistência mecânica adequada para que o componente não perca sua identidade durante o manuseio. Consegue-se ainda, quando necessário, o maior percentual de densificação dos pós.

Esta etapa é realizada com a aplicação de carga mecânica em matrizes rígidas. Os processos usualmente empregados são: compactação unidirecional (de simples ou

dupla ação), compactação isostática, laminação de pós, extrusão e moldagem por injeção. No caso da metalurgia do pó ferrosa, a técnica mais utilizada é a compactação uniaxial em matriz rígida, pois é de fácil automação e de baixo custo (KLEIN, 2004). A compactação é normalmente realizada a frio por meio de um sistema matriz-punções, em que a carga é aplicada de forma uniaxial com efeito duplo (matriz flutuante) (GETHIN et al., 1994).

2.1.4 Sinterização

Nesta etapa do processo, o compactado verde adquire as propriedades mecânicas características do componente sinterizado, fortemente influenciadas pela porosidade residual, inerente aos produtos obtidos por metalurgia do pó.

Segundo Thümmeler e Oberacker (1993, p.181) “...a sinterização pode ser entendida como um transporte de matéria, ativado termicamente, em uma massa de pós ou um compactado poroso, resultando na diminuição da superfície específica livre pelo crescimento de contatos entre as partículas, redução do volume e alteração da geometria dos poros. Uma fase líquida pode fazer parte do processo”.

A força motriz do processo de sinterização no estado sólido é a diminuição da energia livre do sistema, que resulta de (THÜMMLER e OBERACKER, 1993):

- diminuição da superfície livre específica (crescimento de contatos entre as partículas gerando continuidade de matéria, diminuição do volume poroso e arredondamento dos poros);
- eliminação dos defeitos de rede fora do equilíbrio termodinâmico (discordâncias, defeitos de ponto, ...);
- diminuição de heterogeneidades em sistemas multicomponentes.

Em termos didáticos, o processo de sinterização é dividido em três estágios principais (THÜMMLER e OBERACKER, 1993; KLEIN, 2004):

- Estágio inicial: os contatos entre partículas formam ligações, chamadas de “*necks*”, isto é, a matéria torna-se contínua na região dos contatos. Neste estágio não ocorre grande movimentação (nem retração) de partículas.

- Estágio intermediário: com o crescimento da relação r/a (raio do *neck* / raio de partícula), as partículas perdem gradativamente sua identidade. Neste estágio o tamanho de grão cresce, resultando em uma nova microestrutura. A maior parte da retração ocorre neste estágio.
- Estágio final: ocorre o isolamento e o arredondamento dos poros (densidade da ordem de 90 a 95% da teórica). Se os poros contêm gases não solúveis no metal base, não se alcança a densificação total. Porém, quando os poros são vazios ou contêm gases solúveis na matriz, pode haver densificação total.

A sinterização é realizada controlando-se parâmetros como tempo, temperatura, velocidade de aquecimento e resfriamento e atmosfera do forno. Na metalurgia do pó ferrosa são adotadas como condições usuais para a sinterização temperaturas entre 1100 e 1300 °C, tempos entre ½ e 1 hora e atmosferas de hidrogênio, nitrogênio, e/ou monóxido de carbono (KLEIN, 2004).

2.2 ELEMENTOS DE LIGA NA MPF

A introdução de elementos de liga no ferro é realizada com o objetivo de atingir as propriedades requeridas do material na MPF. Os diferentes mecanismos de endurecimento em uma liga, associados a tratamentos térmicos, termoquímicos e/ou termomecânicos, permitem a obtenção de uma larga variedade de microestruturas e propriedades diferenciadas em função do tipo e dos parâmetros do processamento e tratamento aplicado ao material. Os elementos de liga usualmente adicionados ao pó de ferro são: C, Cu, Ni, P, Al, Cr, W, Co, Mo, entre outros (GERMAN, 1994).

Ainda, a adição de elementos de liga na MPF permite o controle da formação das fases alotrópicas do ferro (ferrita- α , austenita- γ e ferrita- δ). Elementos gama-gênios como C, N, Ni e Mn, por exemplo, favorecem a formação da fase austenítica. A estabilização desta fase em alguns casos pode ocorrer numa extensa faixa de temperaturas. O que também pode ocorrer para a fase ferrítica quando elementos alfa-gênios são adicionados como, por exemplo, Cr, Si, Mo, Ti e P.

Neste trabalho serão realizados experimentos de enriquecimento superficial de compactados de ferro com molibdênio, portanto, será dado um enfoque especial ao

molibdênio e os efeitos da adição deste elemento no ferro. Através da Figura 2.1, pode-se observar que este é um elemento intermediário no endurecimento de matriz ferrítica por solução sólida substitucional.

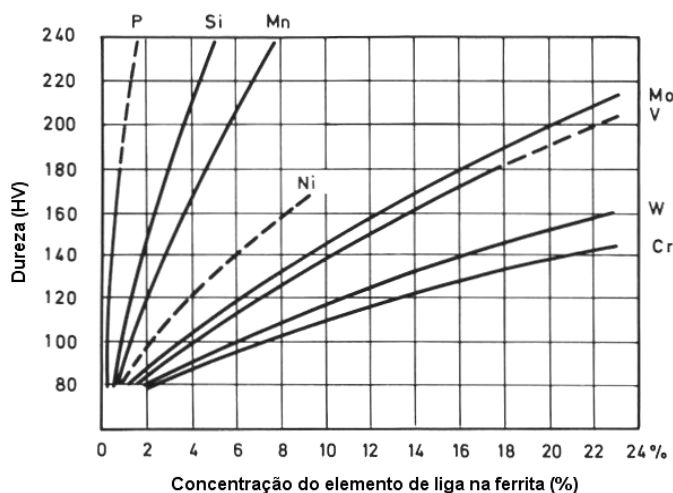


Figura 2.1 – Efeito endurecedor de elementos de liga na ferrita (THELNING, 1984).

2.2.1 O sistema Fe-Mo

Na Figura 2.2 é apresentado o diagrama de fases binário Fe-Mo. É importante observar que o ponto máximo do campo da fase γ situa-se numa composição química em torno de 3 a 4% em peso de Mo a temperatura de 1100 a 1150 °C. Este fato é interessante, pois define a permanência ou não da liga na fase α durante o processo de sinterização.

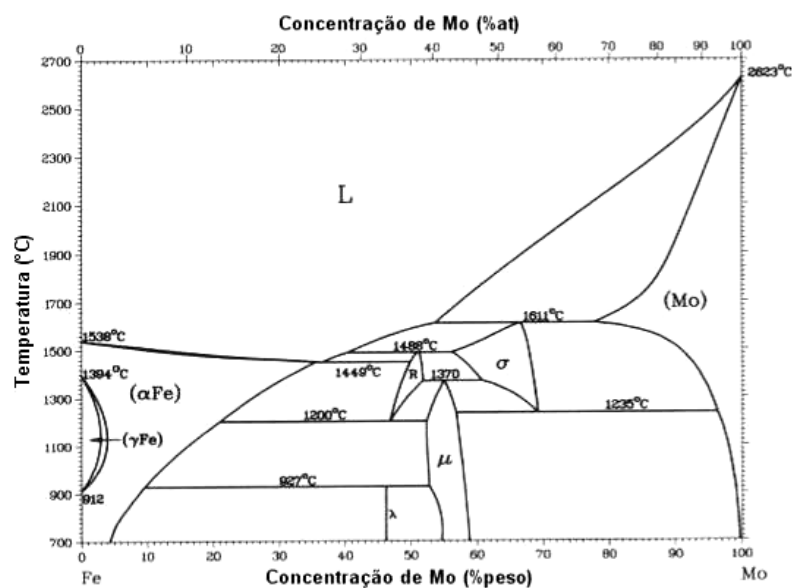


Figura 2.2 – Diagrama de fase binário Fe-Mo (ASM HANDBOOK, 1992).

Os coeficientes de difusão volumétrica do ferro e molibdênio são mostrados na Tabela 2.1. Os valores foram calculados a partir da equação de Arrhenius e confirmam que tanto a autodifusão de Fe quanto a difusão do Mo na matriz ferrítica (Fe- α) é consideravelmente maior que na fase austenítica (Fe- γ).

Tabela 2.1 – Coeficientes de difusão volumétrica para o ferro e molibdênio a 800, 1000 e 1150 °C (BRANDES e BROOK, 1992; ALBERRY e HAWORTH, 1974).

Temperatura (°C)	Material	Cte. pré-exponencial (m ² /s)	Energia de ativação (kJ/mol)	Coeficiente de difusão (m ² /s)
800	Fe \rightarrow Fe- α	$1,2 \times 10^{-2}$	281,5	$2,3 \times 10^{-16}$
	Fe \rightarrow Fe- γ			10^{-18*}
	Mo \rightarrow Fe- α	$7,8 \times 10^{-5}$	225,5	$8,2 \times 10^{-16}$
	Mo \rightarrow Fe- γ	$3,6 \times 10^{-6}$	239,8	$7,5 \times 10^{-18}$
1000	Fe \rightarrow Fe- α	$1,2 \times 10^{-2}$	281,5	$3,3 \times 10^{-14}$
	Fe \rightarrow Fe- γ	$4,8 \times 10^{-5}$	311,1	$8,2 \times 10^{-17}$
	Mo \rightarrow Fe- α	$7,8 \times 10^{-5}$	225,5	$4,3 \times 10^{-14}$
	Mo \rightarrow Fe- γ	$3,6 \times 10^{-6}$	239,8	$5,2 \times 10^{-16}$
1150	Fe \rightarrow Fe- α	$6,8 \times 10^{-4}$	258,3	$2,2 \times 10^{-13}$
	Fe \rightarrow Fe- γ	$4,8 \times 10^{-5}$	311,1	$1,8 \times 10^{-15}$
	Mo \rightarrow Fe- α	$7,8 \times 10^{-5}$	225,5	$4,1 \times 10^{-13}$
	Mo \rightarrow Fe- γ	$3,6 \times 10^{-6}$	239,8	$5,6 \times 10^{-15}$

* Valor consultado em Folkhard (1988)

3 PLASMAS POUCO IONIZADOS

No processamento de materiais, os plasmas utilizados são pouco ionizados (ou também denominados plasmas frios), apresentando um grau de ionização da ordem de 10^{-5} a 10^{-4} . Estes plasmas são constituídos de um mesmo número de cargas positivas e negativas, e um diferente número de átomos ou moléculas neutras não ionizadas (CHAPMAN, 1980).

3.1 DESCARGAS ELÉTRICAS

Uma descarga elétrica luminescente pode ser obtida pela aplicação de uma diferença de potencial entre dois eletrodos em meio gasoso, a baixa pressão. Os elétrons, acelerados pelo campo elétrico, colidem com as espécies neutras do gás (átomos e/ou moléculas) promovendo a ionização deste, o que origina uma descarga elétrica de aspecto brilhante que caracteriza a formação do plasma (LIEBERMAN e LICHTENBERG, 2005).

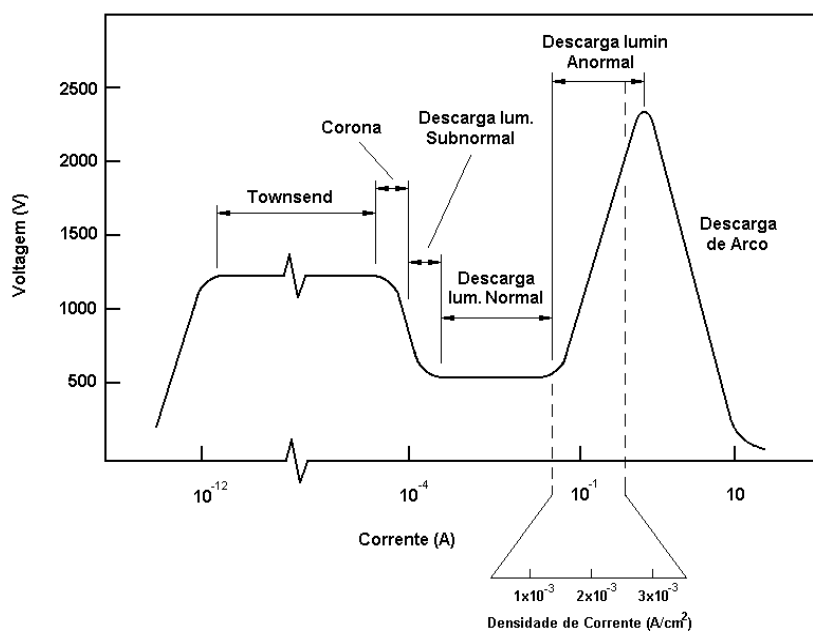


Figura 3.1 – Curva característica corrente-tensão dos regimes de descarga elétrica (JONES, 1975).

Na Figura 3.1 podem ser visualizados os regimes de descarga que são observados ao se aplicar uma diferença de potencial entre os eletrodos. Estas podem ser descritas como segue (FRIDMAN e KENNEDY, 2004):

- Descargas Townsend, Corona e Subnormal: possuem pouca ionização, em torno de $\eta=10^{-12}$ a $\eta=10^{-10}$, e não permitem densidade de corrente suficiente para aquecer uma amostra, portanto, geralmente não são aplicadas a processamento de materiais;
- Descarga Luminescente Normal: apresenta uma densidade de corrente bem maior, no entanto, esta descarga possui a característica de não envolver totalmente o cátodo, pois o bombardeamento se concentra próximo às bordas do cátodo ou em irregularidades de sua superfície. Esta característica, na maioria dos casos, inviabiliza processamentos de materiais devido a não uniformidade do plasma;
- Descarga Luminescente Anormal: a tensão e a corrente crescem seguindo certo grau de proporcionalidade, possibilitando o controle da descarga e o cátodo é completamente envolvido pelo plasma fazendo com que o processamento seja uniforme; é, portanto, a mais indicada para processamento de materiais;
- Descarga de Arco: apresenta baixa tensão e elevada corrente, produzindo grande quantidade de calor, alcançando-se temperaturas superiores a 3000 °C. Por ser instável, esta descarga é de pouco interesse para os processamentos descritos neste trabalho.

Um problema relacionado com o trabalho em regime anormal é a eventual entrada da descarga em regime de arco, o que pode comprometer a integridade dos componentes em processamento, bem como da fonte de tensão. A utilização de fontes de corrente contínua com tensão pulsada, além de cuidados especiais com a arquitetura interior do sistema, são as medidas freqüentemente tomadas para a minimização deste fenômeno indesejável.

A Figura 3.2 representa a distribuição de potencial ao longo da descarga em regime anormal, em que o cátodo é polarizado negativamente e o ânodo permanece aterrado. É possível observar três regiões distintas: bainha catódica, região luminescente

e bainha anódica. Mesmo não sendo exata, esta pode ser considerada uma boa aproximação da distribuição de potencial (CHAPMAN, 1980). Percebe-se que o plasma, região luminescente equipotencial, é a região mais positiva da descarga e que, nas bainhas, os potenciais agem no sentido de repelir os elétrons.

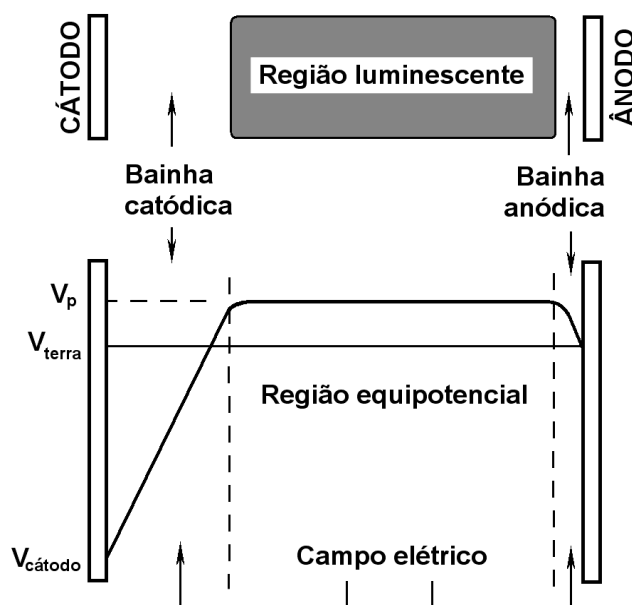


Figura 3.2 – Distribuição do potencial do plasma (adaptado de CHAPMAN, 1980).

Na bainha catódica ocorre a aceleração de espécies carregadas eletricamente devido ao forte campo elétrico formado próximo ao cátodo. Quando um íon produzido na região luminescente se aproxima da interface plasma-bainha, tende a ser acelerado em direção ao cátodo, polarizado negativamente, ocorrendo bombardeamento iônico sobre o mesmo. Podem ocorrer colisões entre os íons acelerados e moléculas ou átomos neutros provocando a desaceleração dos íons. A colisão que possui maior probabilidade de ocorrência é a colisão simétrica com troca de carga. Nesta colisão, um íon colide com sua espécie neutra correspondente (átomo ou molécula). A partir desta colisão formam-se uma espécie neutra rápida e um íon lento que é, a partir deste ponto, acelerado pela queda de potencial restante. Portanto, o cátodo é bombardeado por íons e moléculas e/ou átomos neutros rápidos (CHAPMAN, 1980). Neste bombardeamento ocorre a emissão de elétrons secundários que são fortemente acelerados em direção a região luminescente sofrendo uma série de colisões, produzindo ionização, excitação e termalização.

Na região luminescente os elétrons secundários provenientes da bainha catódica podem colidir com átomos do gás, sendo que as colisões mais importantes são as inelásticas que produzem ionização e excitação destes átomos. A luminescência do plasma se deve à emissão de fótons que resultam da relaxação destes átomos excitados. Com a ionização, novos elétrons e íons são criados, o que garante a manutenção da descarga. As espécies carregadas eletricamente não sofrem aceleração por não haver campo elétrico nesta região, e comportam-se como espécies neutras do gás (von ENGEL, 1994).

O campo elétrico de baixa intensidade produzido na bainha anódica é capaz de aprisionar na região equipotencial elétrons suficientes para possibilitar a existência da descarga, e apenas os elétrons de maior energia alcançam o ânodo. O bombardeamento iônico praticamente não produz interação relevante sobre a superfície do ânodo devido a sua baixa intensidade (BUDTZ-JORGENSEN; BOTTIGER e KRINGHOJ, 2001).

3.2 REAÇÕES NO PLASMA

Na região luminescente ocorre a maioria das reações, que são responsáveis pela formação das espécies ativas do gás, as quais são de grande importância nos tratamentos assistidos por plasma. Estas espécies são formadas principalmente pelos elétrons, que possuem energia suficiente para provocar uma série de processos colisionais com átomos e moléculas do gás. Os elétrons podem apresentar diversas energias e podem ser classificados como (CHAPMAN, 1980):

- Elétrons secundários: provenientes da região catódica com alta energia;
- Elétrons primários: resultantes de colisões ionizantes no plasma. São de baixa energia e “frios”, devido à ausência de campo elétrico;
- Elétrons termalizados: são inicialmente “frios” e ganham energia através de colisões com os elétrons da região catódica. Apresentam energia muito maior do que os produzidos pelas colisões ionizantes.

Os processos colisionais que se destacam na criação das espécies ativas são os seguintes (CHAPMAN, 1980):

- Ionização: $e^{-} + X \Rightarrow 2e^{-} + X^{+}$
- Excitação: $e^{-} + X \Rightarrow e^{-} + X^{*}$
- Relaxação: $X^{*} \Rightarrow X + h\nu$
- Dissociação: $e^{-} + X_n \Rightarrow e^{-} + X_1 + X_2 + \dots + X_n$
- Recombinação: $e^{-} + X^{+} + parede \Rightarrow X$

sendo:

X = átomo; X^{*} = átomo excitado; X_n = molécula; X^{+} = íon; e^{-} = um elétron; $h\nu$ = a emissão de um fóton.

A emissão de fótons, resultante do processo de relaxação de moléculas e/ou átomos excitados, é responsável pelo aspecto brilhante do plasma.

3.3 INTERAÇÃO PLASMA-SUPERFÍCIE PRÓXIMO AO CÁTODO

Na Figura 3.3 são mostradas as principais reações que ocorrem próximo ao cátodo. Observa-se que podem ocorrer os seguintes fenômenos (CHAPMAN, 1980):

- Um íon pode ser refletido e geralmente neutralizado no processo;
- Emissão de elétrons secundários causada pelo bombardeamento de íons e neutros rápidos;
- Implantação de um íon no interior das camadas atômicas superficiais do substrato;
- O impacto de íons e neutros rápidos pode causar rearranjo atômico e/ou microestrutural no interior do material, aumentando sua densidade de defeitos;
- Aquecimento do material pelo impacto de íons e neutros rápidos;
- O bombardeamento de íons e neutros rápidos pode provocar uma cascata colisional dos átomos superficiais do cátodo, possibilitando a pulverização destes (*sputtering*);
- O impacto de íons e neutros rápidos pode causar emissão de ondas de choque no volume do material;
- Átomos depositados na superfície podem difundir na amostra.

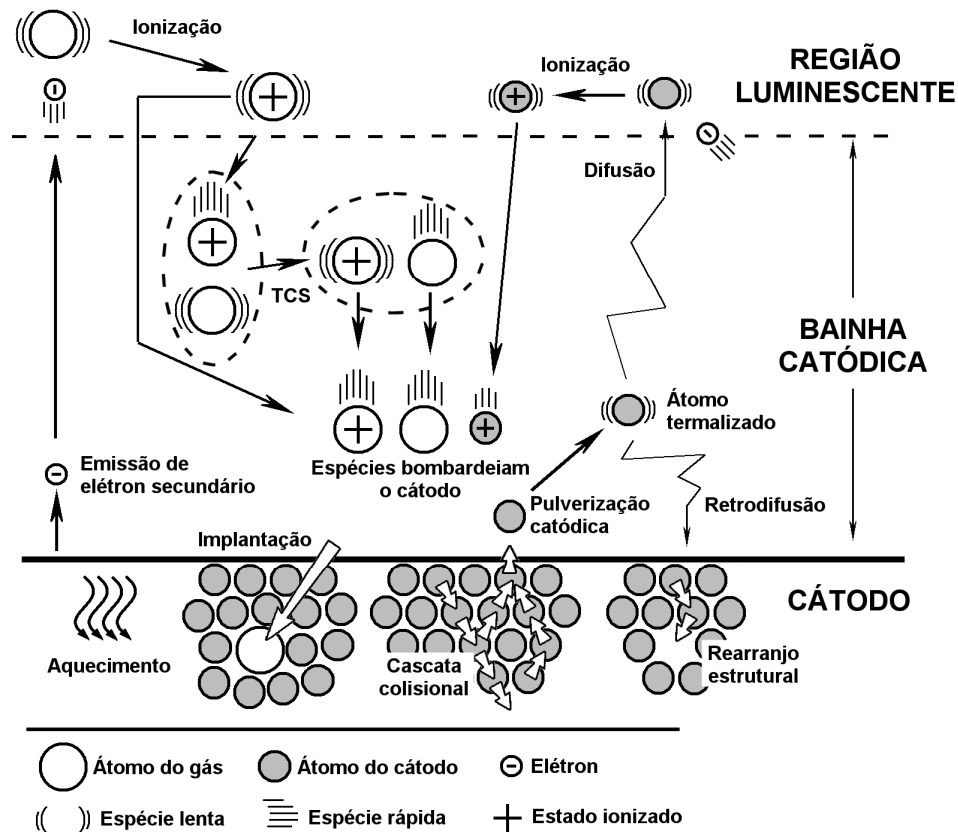


Figura 3.3 - Principais reações que ocorrem próximo ao cátodo (PAVANATI, 2005).

No processo de enriquecimento da superfície, o fenômeno de maior importância, dentre os citados acima, é a pulverização catódica (*sputtering*). Neste fenômeno, os íons e neutros rápidos incidentes transferem energia aos átomos da superfície do cátodo, que por sua vez colidem com outros átomos no interior do sólido. A maioria dos átomos nesta cascata colisional permanece retida dentro do sólido, mas um ou vários podem ser ejetados da superfície (LIEBERMAN e LICHTENBERG, 2005).

Chapman (1980) apresenta o modelo teórico de Sigmund para a eficiência da pulverização catódica, expresso pela equação:

$$S = \frac{3\alpha}{4\pi^2} \frac{4m_i m_t}{(m_i + m_t)^2} \frac{E}{U_0} \quad \text{Eq. 3.1}$$

S expressa a eficiência da pulverização catódica em átomos arrancados por íon incidente, E é a energia cinética das espécies que bombardeiam o cátodo, m_i e m_t são as

massas da espécie incidente e do átomo do cátodo, respectivamente, α é um coeficiente adimensional que depende da relação m_i/m_i (conforme PIVIN, 1983) e U_0 é a energia de ligação do material a ser pulverizado.

A partir desta equação, pode-se verificar que a eficiência da pulverização catódica é diretamente proporcional à energia dos íons incidentes (E), o que é válido para energias (E) menores que 1 keV, onde o mecanismo de implantação iônica não é relevante (CHAPMAN, 1980).

No trabalho de Budtz-Jorgensen, Kringhoj e Bottiger (1999), é mostrado que a adição de hidrogênio em descargas elétricas de argônio aumenta a quantidade de íons energéticos que bombardeiam o cátodo, aumentando a eficiência da pulverização catódica. Isto porque os íons ArH^+ não sofrem troca simétrica de carga devido à ausência da molécula neutra correspondente (ArH), chocando-se contra o cátodo com energia superior à dos íons Ar^+ . Para as condições de tratamento utilizadas pelos referidos autores – tensão pulsada de 300 V, tempos de pulso ligado e desligado de 100 μs e pressão da mistura gasosa de 58,67 Pa (0,44 Torr) – a pulverização é otimizada com concentrações de hidrogênio de 5 a 20%.

A maioria dos átomos metálicos pulverizados, e subsequentemente ionizados, atinge o cátodo com a energia máxima possível, ou seja, não perdem energia ao atravessarem a bainha catódica. Este efeito foi comprovado por van Straaten, Bogaers e Gijbels (1995) ao medirem a distribuição de energia de íons do material do cátodo ejetados por pulverização catódica. Isto pode ser atribuído à baixa densidade de átomos metálicos presentes na fase gasosa, o que torna a troca de carga simétrica pouco significativa no mecanismo de desaceleração destes íons. Assim, o mecanismo de perda de energia mais provável passa a ser a troca de carga assimétrica com átomos neutros do gás que, no entanto, possui seção de choque relativamente baixa. Logo, mesmo estando presentes em quantidade muito pequena, os íons metálicos energéticos possuem energia consideravelmente maior. Portanto, dependendo das condições de trabalho, o fenômeno de auto-pulverização catódica pode ser um mecanismo importante para o processo de pulverização dos átomos do cátodo (MASON e PICHILINGI, 1994).

3.4 INTERAÇÃO PLASMA-SUPERFÍCIE PRÓXIMO AO ÂNODO

Entre o ânodo (tensão nula) e a região luminescente é formado um campo elétrico de baixa intensidade, devido à queda da tensão equivalente ao potencial do plasma. Por este fato, somente elétrons de alta energia, íons de baixa energia e neutros atingem o ânodo, não sendo capazes de produzir a maioria das reações com a superfície observadas no cátodo.

Após serem pulverizados do cátodo, os átomos são termalizados ao colidirem com átomos do gás, reduzindo sua energia àquela equivalente à temperatura média do gás. A mobilidade destes átomos termalizados é então controlada pela difusão em fase gasosa, sendo que a maior parte difunde-se em direção ao cátodo (retrodifusão, Figura 3.3). Mason e Pichilingi (1994) consideram que cerca de 90% dos átomos pulverizados retornam ao cátodo, tanto por difusão quanto por ionização. A menor fração destes átomos difunde em direção ao ânodo, sendo então depositados na sua superfície. A difusão destes átomos em fase gasosa é controlada pelo coeficiente de difusão do elemento pulverizado no meio, pela eficiência de pulverização catódica, pelo livre caminho médio para termalização do átomo ejetado e pela concentração de átomos do cátodo na fase gasosa. O campo elétrico formado entre a região luminescente e o ânodo, ainda que de fraca intensidade, pode acelerar íons metálicos que eventualmente atingem a bainha anódica, auxiliando no processo de deposição de átomos pulverizados (MASON e PICHILINGI, 1994).

Segundo Chapman (1980), o átomo depositado no ânodo possui mobilidade determinada pela sua energia de ligação com os átomos do substrato sendo influenciada pela natureza e temperatura do mesmo. O átomo pode re-evaporar, difundir no substrato ou migrar sobre a superfície combinando-se a outros átomos da mesma espécie, formando “ilhas” (10 a 100 átomos). A formação destas “ilhas” que leva a um estado de menor energia, caracterizando a nucleação do “filme” depositado. Com o crescimento destas “ilhas”, ocorre a continuidade do “filme”.

Em temperaturas elevadas tem-se maior difusão de átomos do filme para o substrato e vice-versa, assim como a interdifusão de átomos de “ilhas” próximas favorecendo a rápida homogeneização do “filme”. Na Figura 3.4 são sumarizadas as principais reações que ocorrem próximas ao ânodo.

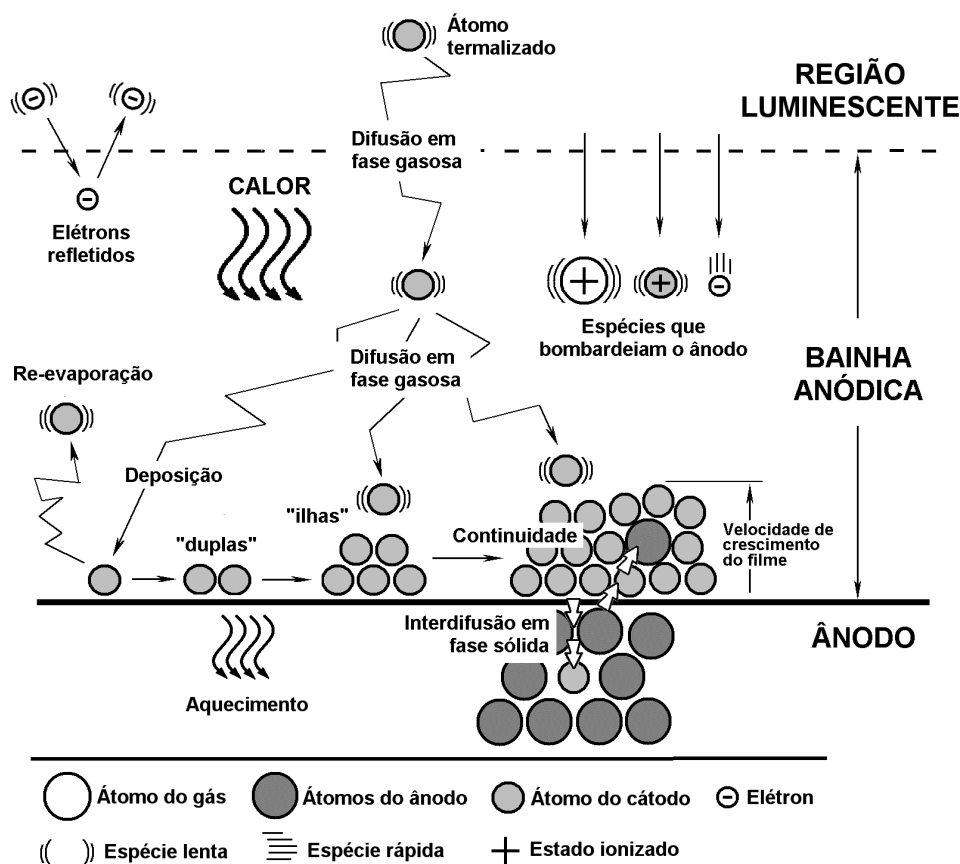


Figura 3.4 - Principais reações que ocorrem próximo ao ânodo (PAVANATI, 2005).

3.5 PROCESSAMENTO DE MATERIAIS EM DESCARGA DC

O interesse na utilização de descargas elétricas em regime anormal para processamento de materiais vem crescendo significativamente nos últimos anos. Especial destaque é dado na aplicação desta tecnologia nas técnicas de processamento de materiais a partir do pó, permitindo novas soluções para limitações técnicas destes materiais e ampliando seu campo de aplicação. Processos tais como limpeza, sinterização, endurecimento superficial e oxidação são alguns exemplos conhecidos do potencial de aplicação desta tecnologia nesta área.

A sinterização em descarga luminiscente anormal mostra-se como uma técnica aplicável para o processamento de materiais metálicos, cerâmicos e compósitos. No fim dos anos 90 foram realizados os primeiros estudos através da sinterização de amostras de ferro puro posicionadas sobre o cátodo (BATISTA et al., 1998).

Devido ao bombardeamento de íons e átomos neutros rápidos no cátodo ocorrem diversas reações, dentre elas o aquecimento da amostra a temperaturas usuais de sinterização. Nesta configuração, os íons e átomos neutros rápidos bombardeando a amostra ativam os mecanismos de sinterização na superfície, causando um selamento na porosidade da camada superficial até profundidades da ordem de 10 a 100 μm (BATISTA et al., 1998; MALISKA et al., 2003; LOURENÇO, 2004).

Na configuração ânodo-cátodo confinado, a amostra é colocada como ânodo aterrado. A amostra é envolvida por um cátodo de material conveniente, que sofre bombardeamento das espécies energéticas. O uso da descarga nesta configuração possibilita o enriquecimento superficial do material durante ou após a sinterização, pela pulverização de átomos do cátodo, sua difusão na fase gasosa e deposição na superfície da amostra colocada sobre o ânodo da descarga. Este processo de pulverização catódica torna-se conveniente quando se deseja adicionar elementos de liga na camada superficial da amostra durante a sinterização (LAWALL, 2001; PAVANATI, 2005).

Esta alteração da composição química superficial do material processado produz variações nas suas propriedades mecânicas, químicas e tribológicas. Dentre algumas possíveis melhorias, pode-se citar o aumento da dureza superficial e maior resistência à fadiga, corrosão e ao desgaste.

4 METODOLOGIA DE PROJETOS

Para que o desenvolvimento de produtos se torne efetivo e eficiente é indispensável a utilização de um procedimento sistemático no processo de projeto, que possa integrar e otimizar todos os aspectos envolvidos no projeto. Com um procedimento sistemático tende-se a aumentar a capacidade de trabalho e também contribuir para o desenvolvimento das capacidades do pessoal envolvido, além de possibilitar a racionalização de recursos disponíveis (BACK e FORCELLINI, 2002).

Assim, as metodologias de projetos existentes são, em geral, baseadas em procedimentos, que orientam os projetistas, passo a passo, como proceder e como utilizar os recursos na resolução de determinados tipos de problemas de projeto (OGLIARI, 1999).

A metodologia empregada no presente trabalho é baseada naquela desenvolvida por Pahl e Beitz (1996), que corresponde basicamente a uma sistematização do processo do projeto e segue a seguinte sequência de fases: clarificação da tarefa, geração do conceito, leiaute preliminar, leiaute definitivo, detalhamento e documentação (Figura 4.1). Seguindo a metodologia desenvolvida pelo NeDIP (Núcleo de Desenvolvimento Integrado de Produtos, EMC / UFSC), estas fases são adaptadas para as fases de projeto informacional, projeto conceitual, projeto preliminar e projeto detalhado (Figura 4.2). No presente trabalho, procurou-se utilizar estes conceitos com o intuito de otimizar os recursos disponíveis no processo do projeto.

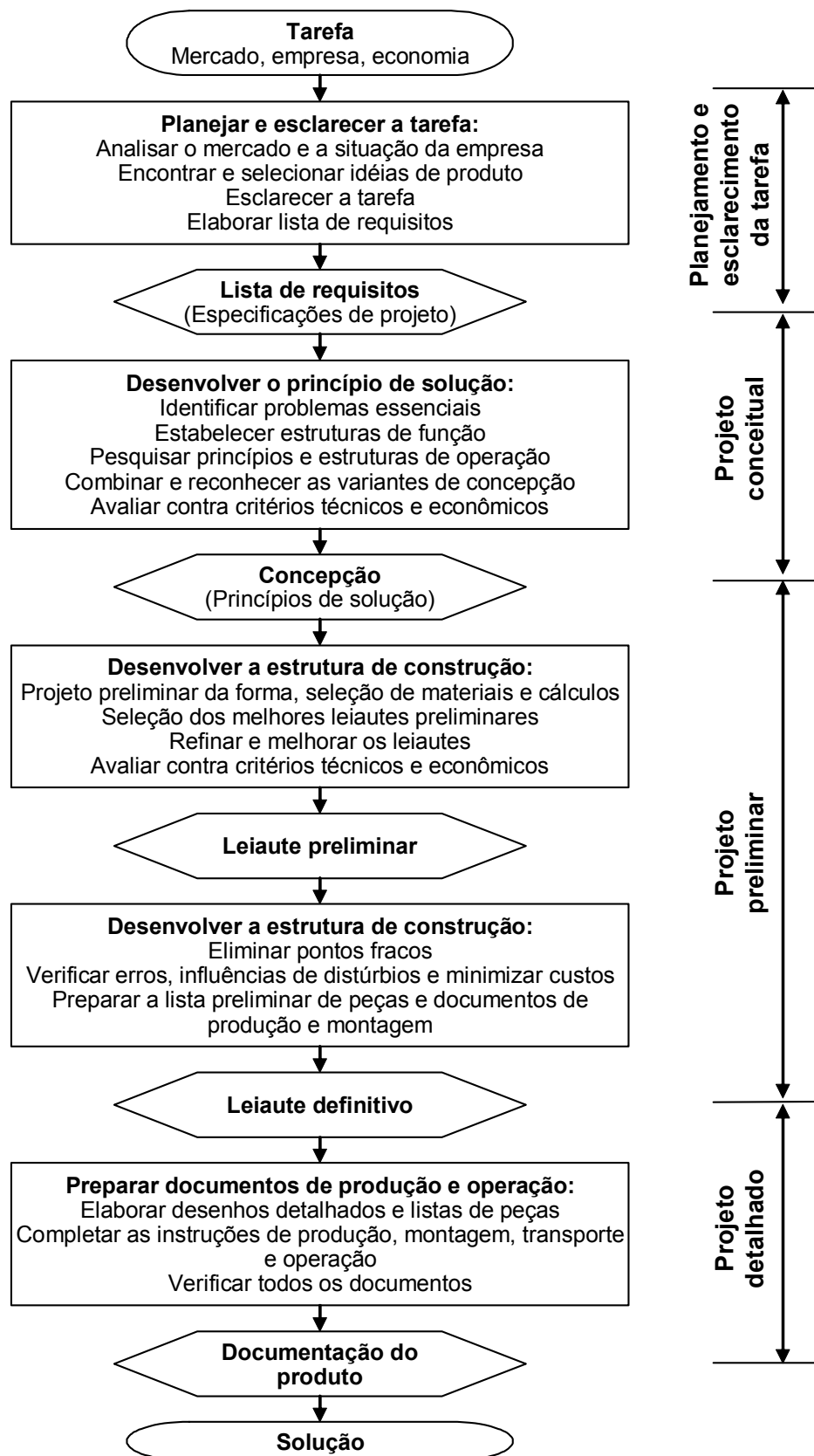


Figura 4.1 – Metodologia de projeto segundo Pahl e Beitz (1996), adaptado por Ogliari (1999).



Figura 4.2 – Modelo de processo de projeto (OGLIARI, 1999).

4.1 PROJETO INFORMACIONAL

Conforme demonstrado na Figura 4.2, o processo do projeto inicia buscando-se todas as informações necessárias ao pleno entendimento do problema, incluindo os interesses de todas as pessoas envolvidas no projeto. Ao final dessa etapa as informações obtidas, geralmente qualitativas, são transformadas em requisitos quantitativos, ou seja, as especificações de projeto. Esse processo de transformação da informação é chamado de projeto informacional (FONSECA, 2000). A partir disso, são definidas as funções e as propriedades requeridas do produto e as possíveis restrições com relação a ele e ao próprio processo de projeto (normas, prazos) (BACK e FORCELLINI, 2002).

4.2 PROJETO CONCEITUAL

O projeto conceitual é a etapa do processo de projeto que estabelece a concepção que melhor satisfaz as especificações de projeto. Ela representa o produto em suas principais funcionalidades e princípios de solução, de forma qualitativa (PEREZ, 2003). Nesta etapa é definida a estrutura funcional do produto, ou seja, é feito um desdobramento hierárquico da função técnica total do sistema em funções menores. Esta técnica visa resolver um problema complexo dividindo-o em problemas menores, cujas soluções individuais compõem posteriormente uma solução total (MENDES, 2001). Podem-se utilizar diversos métodos na busca por princípios de solução, dentre eles o método da matriz morfológica, que consiste numa pesquisa sistemática de diferentes combinações de elementos, com o objetivo de encontrar uma nova solução para o problema (BACK e FORCELLINI, 2002). Então, deve-se selecionar o melhor conceito de solução a partir das alternativas conceituais. Para tanto, existem também métodos

que auxiliam nesta tomada de decisão, como por exemplo, a matriz de avaliação. Podem-se obter mais detalhes destas técnicas em Back (1983).

4.3 PROJETO PRELIMINAR

No projeto preliminar desenvolvem-se processos para configurar o leiaute do produto, de natureza quantitativa, que consiste no arranjo geral dos elementos que caracterizam o produto em suas principais geometrias e formas (OGLIARI, 1999). Nesta etapa são realizados os estudos e cálculos necessários para otimização do desempenho do produto.

4.4 PROJETO DETALHADO

O projeto detalhado é a fase na qual as descrições definitivas são elaboradas sobre as disposições dos elementos, formas, medidas, tolerâncias, acabamentos superficiais e materiais necessários para a fabricação do equipamento; é realizada uma avaliação geral do projeto e dos custos, bem como são elaborados os documentos finais do projeto na forma de desenhos técnicos e instruções que possibilitem a sua execução. Nesta fase são empregados normas e procedimentos padronizados, conforme as necessidades dos meios de fabricação (MENDES, 2001).

5 PROJETO DO REATOR DE PROCESSAMENTO A PLASMA

No presente capítulo são apresentadas as etapas do projeto do reator de plasma com aquecimento auxiliar resistivo para processar o enriquecimento da superfície, as quais seguiram a ordem: planejamento do projeto, projeto informacional, projeto conceitual e projeto detalhado.

5.1 PLANEJAMENTO DO PROJETO

Nesta primeira etapa, procurou-se fazer um planejamento das atividades do desenvolvimento do reator, buscando utilizar algumas ferramentas de gerência de projetos (planejamento e controle), o que auxilia no bom andamento do mesmo. Com a utilização destas ferramentas tem-se um melhor controle do desenvolvimento das atividades, evitando com isto atrasos, maiores gastos e problemas na obtenção do produto final. As ferramentas utilizadas neste projeto foram: planilhas 5W1H, gráfico de *Gantt* e o programa *Microsoft Project* 2003.

O 5W1H é a sigla que dá nome a uma ferramenta de gestão utilizada em programas de qualidade, que tem por objetivo a programação das ações de forma precisa e padronizada, evitando divagações e direcionando para resultados. Esta denominação provém da junção das letras iniciais de seis palavras da língua inglesa: *Why* (Por que), *What* (O que), *Who* (Quem - Responsável), *When* (Quando), *Where* (Onde) e *How* (Como). A título de exemplo, pode ser visualizada a planilha geral do projeto na Tabela 5.1. As demais planilhas utilizadas no desenvolvimento do projeto não foram anexadas ao trabalho, pois não são relevantes para o entendimento do mesmo.

Tabela 5.1 – atividades do projeto do reator de enriquecimento de superfície.

ATIVIDADES DO PROJETO: 1 "Construção de reator de sinterização e enriquecimento com aquecimento auxiliar"						
	WHAT - O QUE	WHEN - QUANDO	WHERE - ONDE	WHO - QUEM	WHY - POR QUE	HOW - COMO
1 a	Planejamento geral	15/02/05 a 15/03/05	LabMat	Gisele	Para realizar o gerenciamento do projeto, bem como definição de objetivos e funções a serem obtidos.	Através de reuniões da equipe, sendo as atividades sistematizadas com o auxílio do <i>software MS Project</i> .
1 b	Projeto Informacional	01/03/05 a 07/04/05	LabMat	Gisele	Para obter todas as informações necessárias ao pleno entendimento do problema do projeto.	Através de reuniões da equipe e contatos com usuários, utilizando também o software Casa da Qualidade.
1 c	Projeto Conceitual	15/02/05 a 15/05/05	LabMat	Gisele	Para gerar uma concepção para o produto que atenda da melhor maneira possível às necessidades detectadas, sujeita às limitações de recursos e às restrições de projeto.	Através de reuniões da equipe e utilizando técnicas de geração e seleção de soluções.
1 d	Projeto Detalhado	07/05/05 a 30/07/05	LabMat	Gisele	Para desenvolver o projeto de acordo com critérios técnicos e econômicos, até o ponto em que o projeto detalhado resultante possa ser encaminhado à produção.	Através de reuniões da equipe, consultas de mercado e softwares de desenho (AutoCAD e SolidWorks).
1 e	Revisões finais	21/07/05 a 30/07/05	LabMat Embraco	Gisele	Corrigir possíveis erros encontrados no projeto.	Através de reuniões da equipe utilizando a documentação obtida até o momento.
1 f	Construção	01/08/05 a 15/10/05	LabMat	Cristiano	Obter o equipamento.	Compra dos materiais e componentes. Seguindo o planejamento de fabricação e montagem.

Uma das ferramentas mais familiares para visualizar o andamento de um projeto é o gráfico de *Gantt*. Este gráfico usa barras horizontais, cada uma representando uma única tarefa no projeto; as linhas entre as tarefas informam a dependência (vínculo/link) entre as mesmas, representando que uma determinada tarefa apenas será iniciada após conclusão de outra. As barras são colocadas em uma escala de tempo. O comprimento relativo de uma barra de *Gantt* individual representa a duração de uma tarefa, ou seja, o tempo necessário para completá-la. Um elemento básico no gerenciamento de projetos, o gráfico de *Gantt* é uma excelente ferramenta para avaliar rapidamente as tarefas

individuais ao longo do tempo de desenvolvimento de um projeto. No presente trabalho utilizou-se o *software Microsoft Project 2003* para auxiliar na construção do gráfico de *Gantt*, que é apresentado na Figura 5.1. Este *software* auxilia na organização e no gerenciamento do projeto e equipe para garantir que os projetos sejam entregues na data e que estejam dentro do orçamento. Os membros da equipe podem atualizar facilmente as informações do projeto, colaborar e permanecer informados através de correio eletrônico e ferramentas baseadas na *web*.

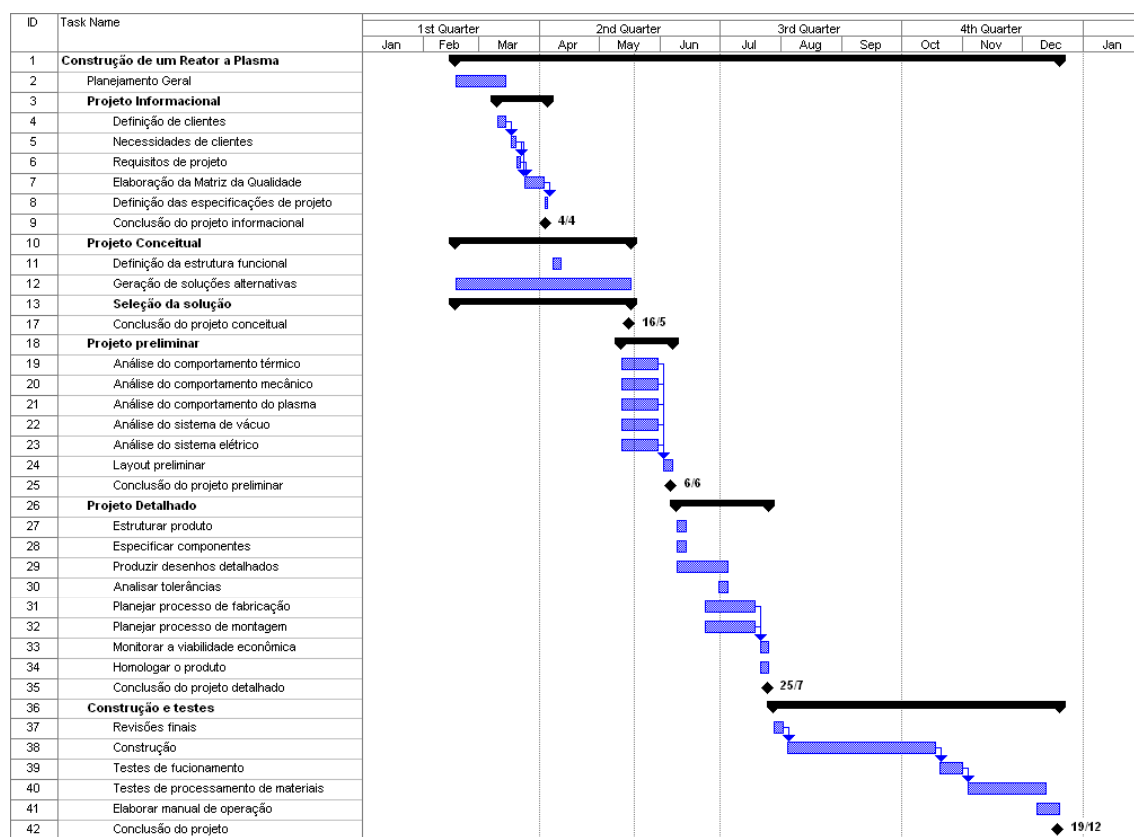


Figura 5.1 – Gráfico de *Gantt* para o projeto do reator de enriquecimento.

5.2 PROJETO INFORMACIONAL

Nesta fase do projeto realizou-se um estudo das necessidades e requisitos do projeto, inter-relacionando-os, com o auxílio da ferramenta “Casa da Qualidade”, o que resultou em uma lista de especificações de projeto, servindo como referência para o segmento do processo de desenvolvimento do produto.

5.2.1 Problema do projeto

Como mencionado na Introdução deste trabalho, nos tratamentos de enriquecimento superficial e sinterização em plasma realizados anteriormente no LabMat foram utilizados reatores em escala laboratorial que tinham como única fonte de aquecimento o calor gerado pelo plasma. Este fato limitava o estudo sistemático do processo, pois não era possível variar os parâmetros de processamento individualmente. Visando a solução deste problema, um reator a plasma com aquecimento auxiliar resistivo foi projetado, construído e validado no âmbito do presente trabalho.

5.2.2 Características do Produto

O equipamento deve ter como características principais versatilidade e robustez, possibilitando grande variação de parâmetros para processamento e de materiais a serem processados. Além disto, deve permitir o tratamento de uma quantidade razoável de peças ou amostras permitindo uma melhor análise da homogeneidade e repetitividade do processo em estudo.

5.2.3 Definição de clientes

A denominação clientes de um projeto é utilizada para representar as pessoas e ou organizações envolvidas direta ou indiretamente com o ciclo de vida do produto. A partir da consideração das necessidades de cada um deles, é possível formular um entendimento mais completo do que se vai projetar (BACK, 2002).

Deve-se então, primeiramente, identificar quem são os clientes, ou seja, quem será afetado de alguma forma com o produto a ser projetado. Os clientes são definidos como externos ou internos, e no caso do projeto do reator, são mencionados a seguir:

- Internos: LabMat, FEESC, Perfil Térmico, Rossil Automação Industrial, SDSistemas, Cebra, Engecer, Ecil, LabSolda, Dominik, White Martins, Edwards, outras empresas fornecedoras de produtos;
- Externos: LabMat, FINEP, outras empresas interessadas.

5.2.4 Casa da Qualidade

Uma das ferramentas empregadas no projeto informacional é a Casa da Qualidade, que é uma das matrizes do método de QFD (*Quality Function Deployment*) - tem como objetivo assegurar a qualidade durante o desenvolvimento de produto (AKAO, 1996). A Casa da Qualidade relaciona os desejos do cliente com as características de engenharia. Através desta, tem-se uma melhor visualização da inter-relação das necessidades dos clientes com os requisitos de projeto, ajudando nas tomadas de decisões ao longo do projeto.

5.2.4.1 Necessidades dos clientes

A construção da casa inicia-se com a identificação das necessidades do consumidor (NC's), ou seja, “O QUÊ” o consumidor deseja ou necessita. São as características funcionais do produto que os consumidores julgam mais relevantes (BACK, 2002). As necessidades para o reator são descritas a seguir, seguindo um agrupamento normalmente utilizado:

→ Quanto à função

- Possibilitar a limpeza de componentes para melhores tratamentos posteriores;
- Sinterizar diferentes tipos de materiais;
- Enriquecer superficialmente:
 - com diferentes elementos;
 - em diferentes geometrias de peças e amostras;
 - com homegeneidade;
 - com flexibilidade de formação de diferentes camadas enriquecidas superficialmente.
- Realizar diferentes tratamentos termoquímicos, como nitretação, cementação, nitrocementação, entre outros;
- Possibilidade de transferir o projeto para nível industrial:
 - equipamento deve possuir robustez adequada;
 - transferência deve ser mediante apenas aumento de volume útil do equipamento.

- Permitir troca de potencial do plasma durante ciclo.

→ Quanto ao uso

- Permitir aquecimento controlado;
- Permitir resfriamento adequado;
- Realizar ciclo único, por exemplo, sinterização, enriquecimento superficial com elemento de liga formador de nitreto e nitretação (quando necessário);
- Estabilidade do processo;
- Gradientes térmicos que não interfiram na qualidade do processo;
- Ter boa estanqueidade para permitir processamento de materiais que possuem grande afinidade química com oxigênio:
 - bomba de vácuo adequada;
 - elementos de vedação adequados;
 - solda e retífica de qualidade.
- Permitir fácil operação do equipamento;
- Padronização de operações.

→ Quanto à estética

- Acabamento dos componentes adequado e de boa aparência;
- Arranjo adequado dos componentes, fios, cabos, dutos, etc:
 - dar preferência ao layout estético, uma vez atendidos os requisitos de funcionamento, ergonomia e segurança.

→ Quanto à manutenção

- Fácil troca de componentes:
 - fácil acesso aos componentes que necessitem de maior manutenção;
 - permitir manutenção do equipamento sem necessidade de mão-de-obra especializada;
- Praticidade de limpeza:
 - permitir acesso fácil às partes sujeitas ao acúmulo de impurezas no equipamento;
 - permitir fácil montagem e desmontagem do equipamento;

- Padronização de operações de manutenção;
 - desenvolvimento de procedimentos de manutenção.

→ Quanto à produção / montagem

- Permitir rápida montagem do equipamento:
 - construção de sub-sistemas simples;
 - preferência por utilização de componentes iguais para diferentes empregos do equipamento.

→ Quanto aos aspectos econômicos

- Baixo custo do equipamento:
 - evitar fator de segurança exagerado em componentes e equipamentos;
 - optar por processos de fabricação viáveis economicamente;
- Baixo custo de processo:
 - baixo consumo de gases;
 - baixo consumo de energia elétrica;
- Baixo custo de manutenção:
 - possibilidade de manutenção com mão de obra não especializada;
 - gerar alternativas que possibilitem maior vida para componentes mais susceptíveis a troca (o'ring, termopar, peças de potencial flutuante, etc.);
- Duração do equipamento que justifique investimento.

→ Quanto à segurança

- Evitar choques elétricos:
 - isolamento elétrico eficaz;
 - aterramento eficaz da carcaça;
- Evitar queimaduras:
 - isolamento térmico da carcaça e da base;
- Evitar cortes:
 - evitar a construção de componentes com arestas, rebarbas e cantos vivos;
- Evitar níveis de ruído que prejudiquem a saúde;
- Segurança na elevação e fechamento da carcaça;

- Evitar vazamento de gases inflamáveis e/ou tóxicos:
 - emprego de materiais de vedação adequados;
 - usar detectores de vazamento de gases e alarmes;
 - fixação adequada das mangueiras de gases.

→ Quanto ao desempenho

- Ciclos de tempo reduzido;
- Baixo consumo de gases e energia;
- Capacidade de carga significativa.

A estas necessidades são atribuídos valores de acordo com a importância de cada um dos requisitos de usuário para o projeto. No projeto, adotou-se valores entre 0 e 99, e são mostrados na coluna Valor do Consumidor na Casa da Qualidade apresentada na Figura 5.2.

5.2.4.2 Requisitos da Qualidade

Após definidas as necessidades do consumidor, estas são transformadas em linguagem de engenharia. Os requisitos da qualidade (RQ's) são características técnicas, possíveis de serem mensuráveis através de algum sensor, e que o produto necessita ter para atender as NC's. São os "COMO's" para atender os "O QUÊ's", ou seja, como atender os desejos do consumidor (BACK, 2002).

As flechas em cada RQ representam o que se espera do mesmo. Por exemplo, a flecha ↓ no requisito "Temperatura na base", na Figura 5.2, reflete o desejo de redução deste requisito.

5.2.4.3 Relacionamento entre NC's e RQ's

O próximo passo é preencher o corpo da Casa da Qualidade, formando a "matriz de relacionamento", que indica de forma qualitativa o quanto cada RQ afeta cada NC. Este inter-relacionamento pode ser feito através de símbolos, como sugerido na tabela de relações "O QUÊ's x COMO's", na Figura 5.2. A relação forte recebe pontuação 5, a média 3, e a fraca, 1 ponto.

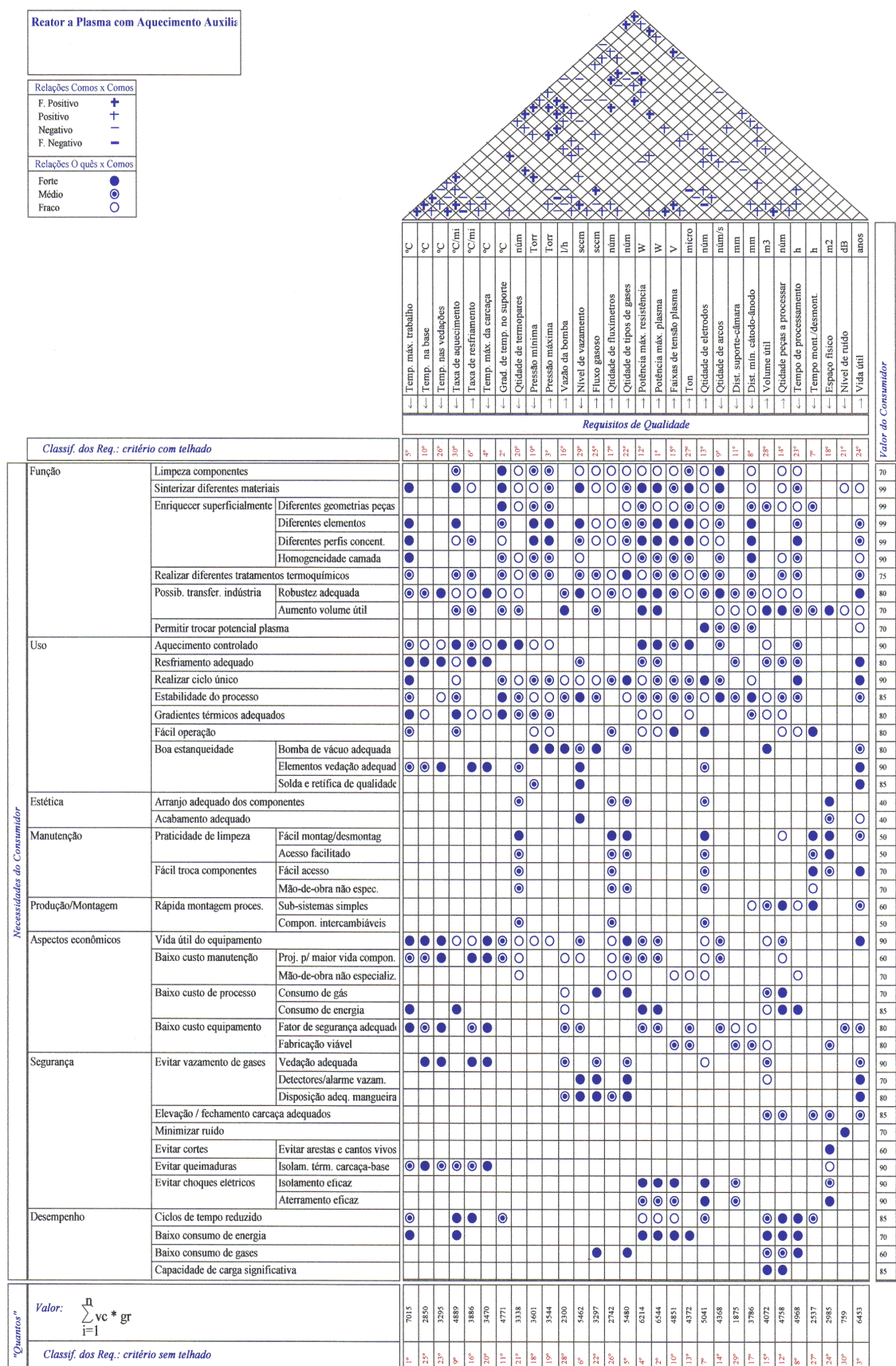


Figura 5.2 – Casa da qualidade para o projeto do reator.

5.2.4.4 Telhado da Casa

O telhado é uma matriz que inter-relaciona todos os RQ's, identificando seus graus de dependência. É uma maneira de visualização de como uma mudança em uma característica do produto influencia em outra (BACK, 2002). Esta relação pode ser positiva ou negativa, como, por exemplo, a diminuição da temperatura máxima de trabalho tem uma relação fortemente positiva com a temperatura na base. A tabela de relações “COMO's x COMO's” é apresentada na Figura 5.2.

5.2.4.5 Valor de Importância dos RQ's

A determinação do Valor de Importância de cada RQ possibilita classificá-los, podendo desta forma serem priorizadas as atitudes de melhoramento. A forma utilizada para calcular o valor relativo a cada RQ é a seguinte:

$$Valor = \sum_{i=1}^n \text{valor do consumidor} * \text{grau de relacionamento} \quad (1)$$

Os requisitos do projeto do reator estão listados em ordem decrescente de valor de importância, visualizados na Tabela 5.2.

5.2.5 Especificações de projeto

As especificações de projeto representam a formalização da tarefa de projeto e formam base para o desenvolvimento das etapas posteriores. Servem de critérios para a avaliação das concepções geradas para o produto (BACK, 2002). Na Tabela 5.2 são listadas as especificações do projeto do reator, em que são estabelecidos sensores, que medem se os objetivos estão ou não sendo atingidos. Foram listadas também as saídas indesejáveis, que representam o que se pretende evitar ao introduzir essa especificação.

Tabela 5.2 – Especificações de projeto.

Requisitos de projeto		Objetivo	Sensor	Saída indesejável	Observações
1	Temperatura máxima de trabalho	1400°C	Termopares	Inadequação da temperatura e possíveis danos no equipamento	
2	Potência máxima no plasma	18 KW	Potenciômetro	Ineficiência no aquecimento e alto consumo de energia	
3	Vida útil	10 anos	Contagem	Diminuição da vida útil	

4	Potência máxima das resistências	12,5 A	Potenciômetro	Ineficiência no aquecimento e alto consumo de energia	
5	Quantidade de tipos de gases	5	Contagem	Misturar oxigênio com hidrogênio	
6	Nível de vazamento	Minimizar	Baratron e cronômetro	Perturbação na descarga e oxidação	
7	Quantidade de eletrodos	2 a 4	Contagem	Impossibilidade de inversão de potencial	
8	Tempo de processamento	Minimizar	Marcadores de tempo	Tempo de processamento elevado – baixa produtividade	
9	Taxa de aquecimento	Até 30 °C/min	Termopar e cronômetro	Tempo longo de aquecimento	
10	Faixas de tensão no plasma	5	Marcador da fonte	Ocasionar arcos e prejudicar a taxa de aquecimento definida	300, 400, 500, 600 e 700 V
11	Gradiente de temperatura no suporte	< 15°C	Termopares	Heterogeneidade do lote e deformações geométricas	
12	Quantidade de peças a processar	50 peças	Contagem	Carga menor que a estipulada	Depende das dimensões da peça
13	t _{on}	10 a 240 µs	Medidor de tempo da fonte	Aquecimento inadequado	
14	Quantidade de arcos	50/min	Contador da fonte	Instabilidade do plasma e danos nas peças e nos componentes do equipamento	
15	Volume útil	0,02 m ³	Controle dimens. simples	Baixa capacidade de processamento	
16	Taxa de resfriamento	Até 15°C/min	Termopar e cronômetro	Deformações e tempo longo de processamento	Depende da inércia térmica do sistema
17	Distância mínima cátodo-ânodo	10 a 20 mm	Controle dimens. simples	Baixa capacidade de processamento	Cálculo em função dos parâmetros do processo
18	Pressão mínima	0,01 Torr	Baratron	Presença de impurezas na câmara	
19	Pressão máxima	20 Torr	Baratron	Tratamento inadequado	Depende do equipamento de medição
20	Temperatura máxima na carcaça externa	40°C	Termopar	Acidentes	
21	Quantidade de termopares	6	Contagem	Ocasionar arcos e vazamento	
22	Fluxo gasoso	1500 sccm	Fluxímetro	Fluxo insuficiente	
23	Temperatura nas vedações	70°C	Termopares	Degradação de o’rings	
24	Espaço físico	6 m ²	Controle dimens. simples	Espaço físico inadequado p/ operação c/ segurança	
25	Temperatura na base	40°C	Termopares	Acidentes	
26	Quantidade de fluxímetros	≥ 2	Contagem	Perda de versatilidade nas misturas gasosas	
27	Tempo de montagem/desmont.	Minimizar	Marcadores de tempo	Tempo de processamento elevado	
28	Vazão da bomba	25 m ³ /h	Baratron / medidor tempo	Tempo elevado p obtenção da pressão mínima e vazão ineficiente p/ manter pressão de trabalho	Depende do sistema de bombeamento e de perdas na tubulação
29	Distância suporte-câmara	20 a 30 mm	Controle dimens. simples	Contato físico entre o suporte e a parede da câmara	
30	Nível de ruído	70 dB	Decibelímetro	Ruído demasiado	

5.3 PROJETO CONCEITUAL

Nesta fase do projeto, realizou-se primeiramente uma análise funcional do reator com aquecimento auxiliar e, posteriormente, verificou-se as soluções possíveis para cada função, utilizando ferramentas específicas. Desta forma, facilita-se a seleção da melhor concepção para o produto.

5.3.1 Estrutura funcional

O desmembramento em funções parciais é uma técnica baseada no Método da Função Síntese. Por este método, um sistema técnico pode ser decomposto em uma estrutura hierárquica de funções parciais, contendo funções e operações elementares. Esta técnica subentende a estratégia de se resolver um problema complexo dividindo-o em problemas menores, cujas soluções individuais são posteriormente integradas para compor uma solução total (MENDES, 2001).

A função global do reator é o enriquecimento superficial e a sinterização via plasma de materiais: um sistema que recebe material bruto e devolve material processado. Com as informações reunidas, foi idealizada a estrutura de funções parciais apresentadas na Figura 5.3. Como se vê, as funções parciais de primeira ordem no projeto do reator são as seguintes: fonte do plasma, fonte das resistências, aterramento, carcaças, estrutura mecânica, sensores, painel de controle, sistema de refrigeração e sistema de gases.

A partir desta estrutura funcional, utilizou-se uma ferramenta bastante usual, que facilita a visualização das possíveis soluções para cada função, a Matriz Morfológica (Tabela 5.3), em que são associados princípios de solução às funções parciais. As colunas à direita correspondem às alternativas de solução. Estas são levantadas a partir de avaliações técnicas, econômicas, levando-se sempre em consideração os requisitos do usuário discutidos no projeto informacional.

Figura 5.3 - Estrutura funcional para o reator.

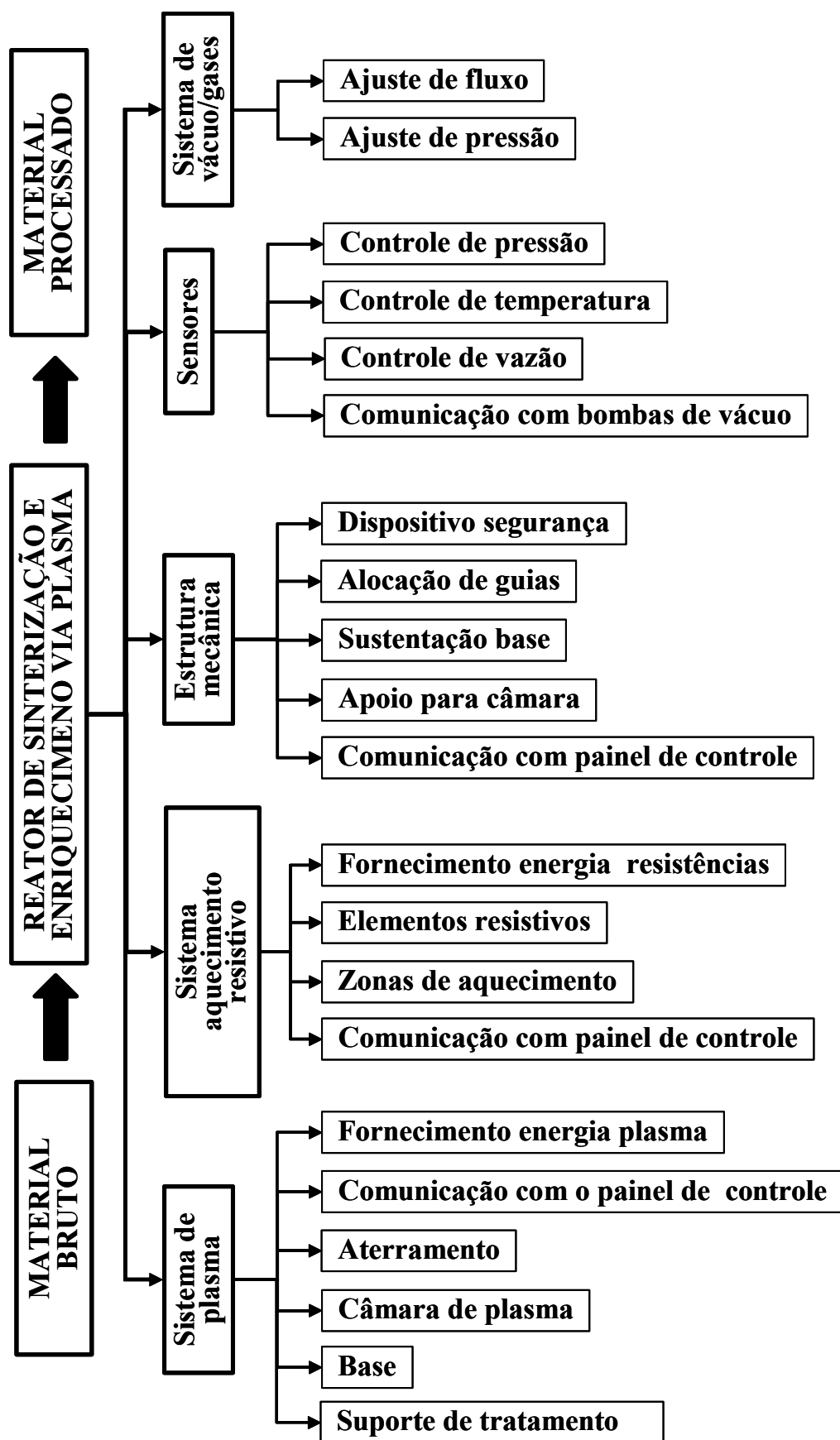


Tabela 5.3 – Matriz morfológica para o reator.

Função parcial de 1ª ordem	Função parcial de 2ª ordem	Função parcial de 3ª ordem	Soluções			Alternativas	
			A	B	C	1	2
Sistema de plasma	Fornecimento energia plasma	Visualização de parâmetros	Multímetros	Sistema integrado na fonte de plasma		B	A
		Proteção para arcos	Integrado à fonte de plasma	Manual		A	A
		Ajuste de potência	Reatância variável	Ajuste T_{on} e T_{off}		B	B
		Ajuste de tensão	Tapes no transformador	Varivolt		A	A
		Acionamento	Remoto	Manual		B	A
	Comunicação com painel de controle		Manual	Sistema integrado à fonte plasma		B	B
	Aterramento	Escoamento de elétrons	Aterramento atual	Novo aterramento		B	B
		Conexão com a câmara	Utilizando cabos específicos ao local de conexão			A	A
	Câmara de plasma	Entrada de gases	Difusor			A	A
		Janela de observação	Na lateral do equipamento	Na parte superior do equipamento		A	A
		Conexão para elevação	Engates na parte inferior	Sistema de encaixe na parte superior da câmara		A	A
		Guias de centralização	Fixadas na base	Fixadas no suporte base	Misto	C	A
		Refrigeração do anel de vedação da base	Com camisa de água superior	Com camisa de água inferior	Ambos	C	B
		Isolamento térmico	Anteparos térmicos	Fibra cerâmica tipo manta		A	A
		Guias de movimentação e centralização	Roldanas externas e guias fixadas na base	Guias de centralização com a câmara de plasma	Ambas	C	C
		Refrigeração da câmara externa	Camisa de água	Chapa distância da câmara servindo como anteparo térmico	Nenhuma	A	A
	Base	Formato da base	Chapa plana	Chapa côncava com flange soldado		A	B

		Apoio para suporte	Pés de apoio	Pés de apoio e chapa suporte		B	B
		Entrada de eletrodos	1 entrada	2 entradas	4 entradas	B	B
		Entrada de termopares	1 entrada p/ 3 termopares	2 entradas p/ 3 termopares cada		B	A
		Flanges para sensores e válvulas	2 flanges NW 16	4 flanges NW 16	6 flanges NW 16	B	C
		Saída de gases	Tubulação aço carbono galvanizado	Tubulação de aço inoxidável	Tubulação polimérica	B	C
		Refrigeração externa	Camisa de água em toda base	Camisa de água localizada (vedações)		A	B
		Anteparos térmicos internos	4 anteparos	6 anteparos	8 anteparos	C	B
	Suporte de tratamento	Apoios na base	Sistema de potencial flutuante posicionado em cima de chapa suporte			A	A
		Conexão com eletrodos	Tira metálica rígida de liga de Mo	Tira flexível parafusada		A	B
		Sistema	Cátodo	Cátodo x ânodo	Cátodo, ânodo, pot. flutuante	C	C
		Alocação de peças	Cátodo	Ânodo	Cátodo, ânodo, pot. flutuante	C	C
		Circulação de gases	Suporte de chapas maciças	Suporte de chapas furadas		B	A
Sistema de aquecimento resistivo	Fornecimento energia resistência	Visualização de parâmetros	Multímetros	Sistema automático		A	B
		Ajuste de potência	Manual	Controlado por sistema automático		A	B
	Elementos resistivos		Ligas de Mo	Kanthal		A	A
	Zonas de aquecimento resistivo		1 zona	3 zonas		A	B
	Comunicação com painel de controle		Manual	Sensores e cabos específicos para sistema automático		A	A
Estrutura mecânica	Dispositivo de segurança		Braços de segurança com rodízios			A	A
	Alocação de guias		Na base	Na lateral	Ambas	C	C
	Sustentação da base		Suporte dimensionado adequadamente			A	A

	Apoio para a câmara	No mesmo suporte	Suportes independentes		A	A
	Comunicação com painel de controle	Manual	Sensores e cabos específicos para sistema automático		A	A
Sensores	Controle da vazão de gases	Controladores de fluxo de massa	Válvula manual		A	A
	Controle da pressão	Válvula automática c/ sistema integrado c/ baratron	Válvula manual		A	A
	Medição da temperatura	Termopares	Pirômetro		A	B
	Comunicação com bombas de vácuo	Manual	Sensores e cabos específicos para sistema automático	Ambos	A	C
Sistema de gases / vácuo	Ajuste de fluxo	Controladores de fluxo de massa	Válvula manual		A	A
	Estabelecimento da pressão	Válvula automática c/ sistema integrado c/ baratron	Válvula manual		A	A

Através das melhores alternativas selecionadas desta matriz morfológica, é apresentada a seguir a descrição dos principais sistemas do equipamento, suas possíveis soluções e decisões tomadas.

5.3.2 Câmara

A câmara de plasma foi confeccionada em aço inoxidável AISI 304, com parede dupla, com o intuito de se fazer resfriamento com água. A parte interna possui três anteparos térmicos de liga de molibdênio (MLR) e cinco de aço inoxidável AISI 304, para evitar o aquecimento excessivo da câmara. Nesta parte do equipamento, estão localizadas as entradas de energia e os termopares, saída de gases, sensores de medição (pressão), válvulas de quebra de vácuo e as entradas e saídas de água para refrigeração.

Na câmara de plasma o aterramento deve ser eficaz, permitindo total descarregamento dos elétrons deixando a mesma sempre em potencial nulo (aterrado).

Do contrário, não haverá a diferença de potencial necessária para a estabilidade do processo (carga = - 700 V e câmaras = 0 V).

5.3.3 Suporte de tratamento

Foi desenvolvido um suporte de tratamento voltado para o enriquecimento com molibdênio de superfícies internas cilíndricas, no caso específico, buchas. Para tanto, o cátodo possui pinos que atravessam o interior das peças. O material utilizado para a confecção do suporte foi uma liga de Mo, TZM (99,4Mo; 0,5Ti; 0,08Zr; 0,02C), o qual possui elevada resistência a altas temperaturas. A capacidade de carga é de 32 buchas, sendo que o suporte é modular, portanto pode ser utilizado apenas um conjunto de cátodo/ânodo confinado.

5.3.4 Fonte de plasma

A fonte de plasma é um conversor CA/CC com saída pulsada e tensões negativas de pico de 300, 400, 500, 600 e 700 V. O tempo de aplicação do pulso pode ser controlado por meio de uma entrada analógica que recebe informação de um CLP ou localmente por meio de teclado. O controle do conversor gera um sinal analógico proporcional à corrente que pode ser utilizado por um CLP para ajustar o tempo de aplicação do pulso. O controle da fonte, ainda, fornece sob a forma de um nível alto, um sinal que indica superação do número de arcos pré-programado no conversor e que fará com que o CLP provoque a redução da largura dos pulsos de tensão aplicados até que o processo se estabilize na corrente programada.

O conversor possui cinco níveis de tensão de saída pulsada, com positivo aterrado. O tempo de aplicação de pulsos (t_{on}) varia de 10 μs (mínimo) a 240 μs (máximo). O tempo total de $t_{on} + t_{off}$ é fixo e tem valor igual a 250 μs ($f = 4$ kHz). A corrente de saída é variável conforme os pulsos de tensão aplicados, e carga utilizada e poderá atingir o valor médio nominal de até 20 A em 700 V e 30 A para tensões iguais e/ou inferiores a 500 V.

A fonte possui ainda um sistema de chaveamento que permite a aplicação de qualquer potencial de plasma nas peças a serem processadas.

5.3.5 Sistema de aquecimento resistivo

A fonte de aquecimento resistivo é monofásica, de 12,5 kW de potência total, controlada por trem de pulso. A corrente máxima no primário do transformador da fonte é de 56 A e no secundário (aplicada nos elementos resistivos), 420 A. O controle da fonte é feito através de um potenciômetro manual. Os elementos resistivos são em forma de tiras, confeccionados em liga de molibdênio (MLR), devido a sua elevada resistência em temperaturas elevadas.

5.3.6 Sistema de gases/vácuo

A condução da mistura de gases desde os cilindros até a câmara é feita com auxílio de tubulações rígidas e flexíveis, que contêm os controladores de fluxo mássico, permitindo a sua proporção e o ajuste do fluxo total, renovando a atmosfera de processamento segundo uma taxa desejada. Estes dispositivos permitem ainda iniciar e cessar o fluxo. A bomba de vácuo utilizada é mecânica, de duplo estágio, com capacidade de bombeamento de 25 m³/h, permitindo obter pressão mínima de 0,01 Torr.

5.3.7 Sistema de elevação

A elevação da câmara é feita por talha elétrica, com capacidade de carga de 250 kg, com duas velocidades de elevação (9,6/2,4 m/min) utilizando motores de dupla velocidade e chave fim de curso de serviço superior e inferior do gancho. O sistema possui guias de centralização durante a elevação para evitar movimentação e descentralização.

5.3.8 Sensores

O sensoriamento de pressão é feito através de manômetro capacitivo absoluto, que apresenta a versatilidade de poder ser utilizado com qualquer que seja a natureza do gás ou da mistura gasosa.

O sensoriamento do fluxo de gases é feito através dos controladores de fluxo de massa, que têm fundo de escala de 200 e 500 sccm. O fluxo é mantido dentro de uma estreita tolerância em relação ao *set-point* definido pelo usuário.

A temperatura é monitorada através de termopares do tipo K (*chromel-alumel*) inseridos nos pontos desejados. A leitura do sinal fornecido pelo termopar é realizada por um multímetro digital.

5.4 PROJETO DETALHADO

Nesta etapa da metodologia de projeto são realizados os desenhos em 2D e 3D detalhando todos os componentes do equipamento, bem como, planejados o processo de fabricação dos componentes e a montagem do equipamento. Embora os desenhos detalhando todos os componentes do equipamento tenham sido feitos no âmbito do presente trabalho e utilizados na sua fabricação e montagem, estes não serão aqui apresentados em função do elevado número de desenhos / componentes. São apresentados apenas os desenhos dos principais sistemas do equipamento, para se ter uma noção do produto do projeto.



Figura 5.4 – Desenho 3D da câmara de tratamento.

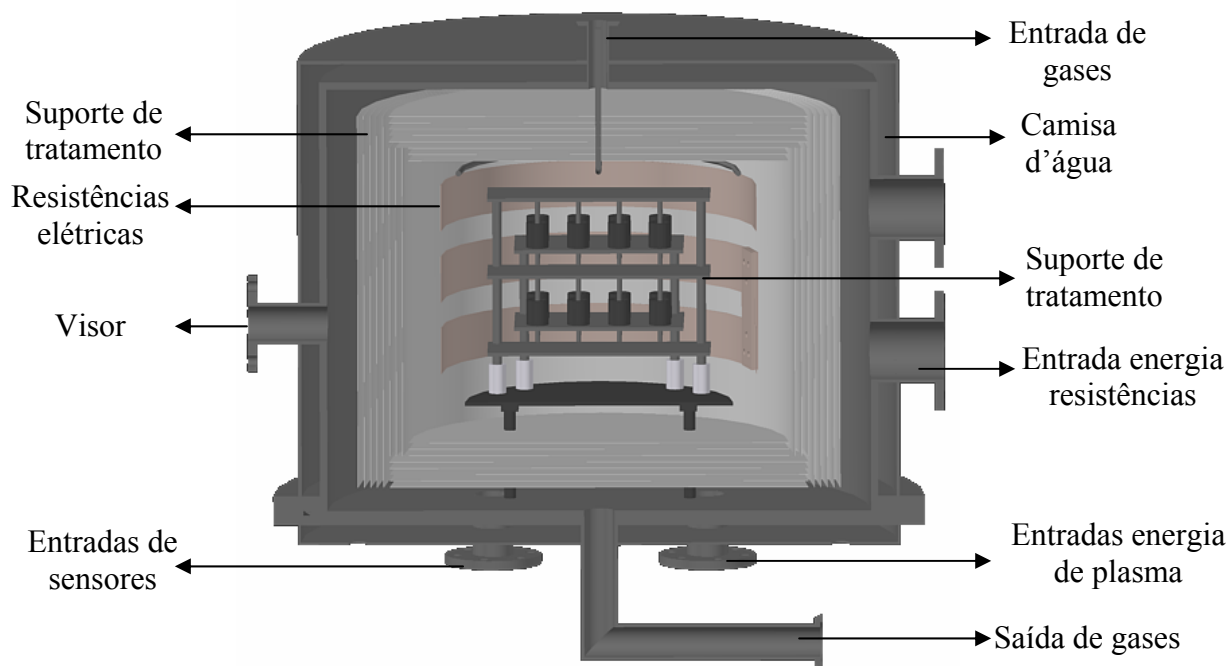


Figura 5.5 – Corte da câmara de tratamento.

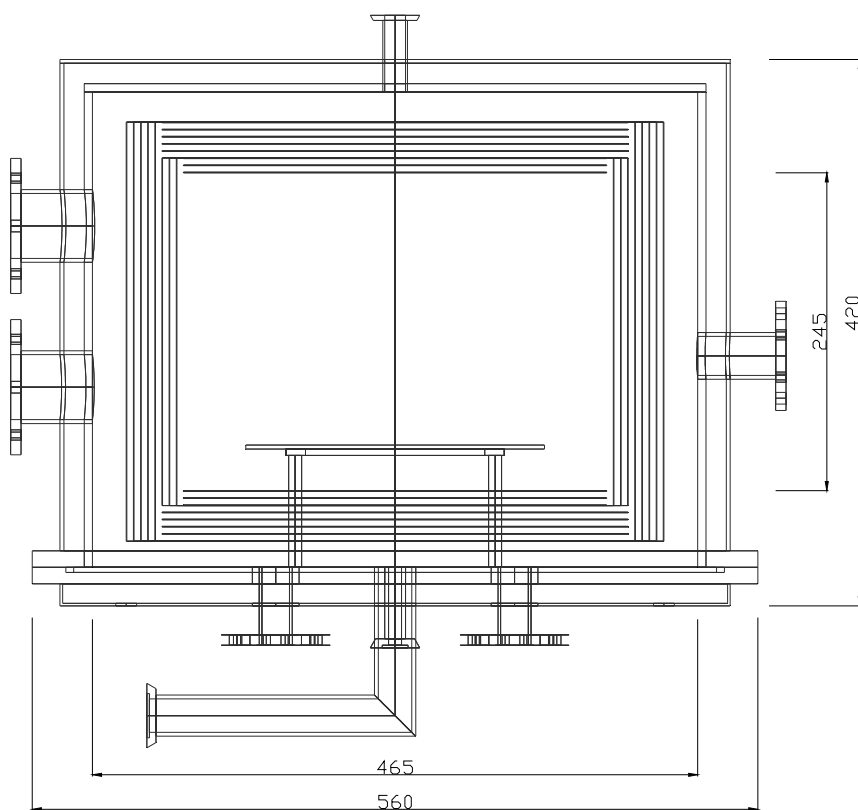


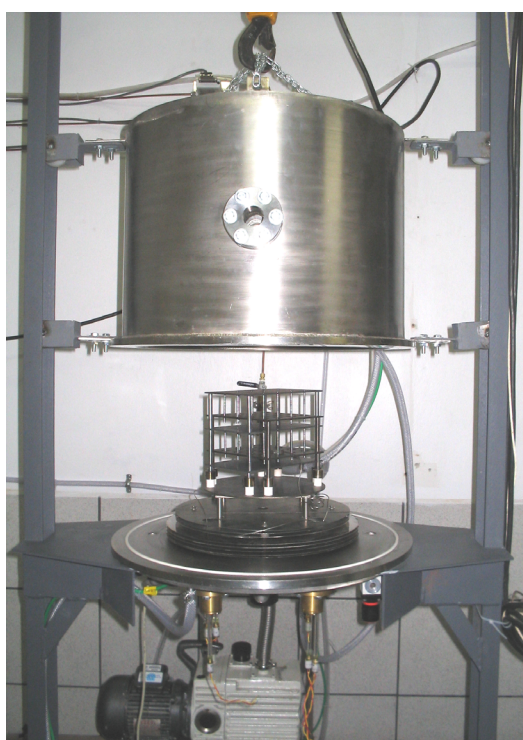
Figura 5.6 – Esquema da câmara de tratamento.

5.5 PRODUTO FINAL

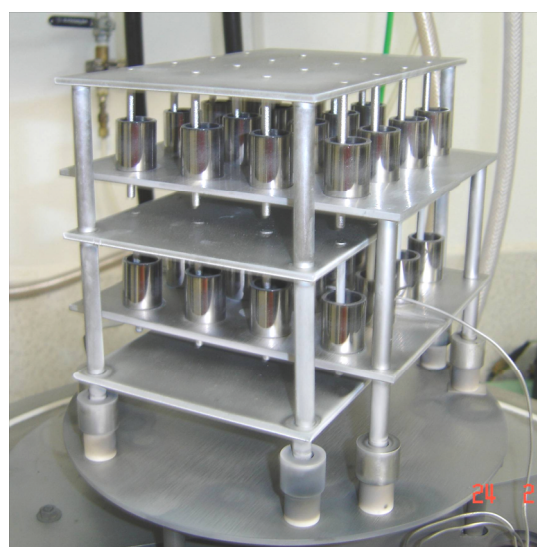
Na seqüência, são apresentadas fotografias do equipamento instalado no Labmat após conclusão das etapas de construção e montagem do mesmo.



Figura 5.7 – Leiaute do equipamento.



(a)



(b)

Figura 5.8 – (a) Reator a plasma e (b) detalhe do suporte para enriquecimento da superfície de buchas.



Figura 5.9 – Elementos resistivos do reator.

5.6 TESTES DE FUNCIONAMENTO DO REATOR

Após o término da construção e montagem do reator de enriquecimento superficial com aquecimento auxiliar resistivo, foram realizados ciclos de teste de funcionamento. As principais variáveis verificadas foram estanqueidade, taxa de aquecimento e temperatura máxima do equipamento.

Para medir a estanqueidade do equipamento foi observado o aumento de pressão devido a entrada de ar atmosférico no interior da câmara (de 0 a 2 Torr) em função do tempo, que tem volume aproximado de $6,2 \times 10^{-2} \text{ m}^3$. Obteve-se um valor médio de aumento da pressão de 20 mTorr/min.

A Figura 5.10 mostra o ciclo térmico realizado com a maior taxa de aquecimento possível, chegando a $40 \text{ }^\circ\text{C/min}$, sendo que taxas inferiores a máxima são facilmente controladas.

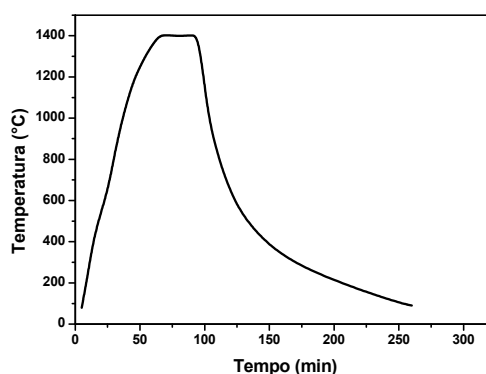


Figura 5.10 – Ciclo térmico de aquecimento com taxa máxima de aquecimento.

Foram realizados testes para verificar as pressões máximas de trabalho na temperatura de 1150 °C, utilizando somente plasma, sendo que a pressão máxima possível é de 12 Torr (limite do controlador). Os demais parâmetros foram mantidos constantes ($t_{on} = 180 \mu s$, fluxo gasoso = 420 sccm, mistura gasosa = 10% H₂ / 90% Ar). O resultado das pressões e/ou temperaturas alcançadas é apresentado na Tabela 5.4.

Tabela 5.4 – Pressões e/ou temperatura máxima de trabalho.

Tensão (V)	Pressão (Torr)	Temperatura (°C)
300	12	690
400	10,3	1150
500	5,7	1150
600	3,3	1150
700	2,0	1150

Após os testes de aquecimento e estanqueidade, realizou-se um ciclo de enriquecimento da superfície com molibdênio em amostra de ferro puro para verificar a viabilidade do processo. Os parâmetros de processamento podem ser lidos na Tabela 5.5.

Tabela 5.5 – Parâmetros do ciclo de teste de enriquecimento da superfície.

Tempo	60 min
Temperatura	1150 °C
Tensão	700 V
Pressão	1,5 Torr
t_{on}	180 μs
Fluxo gasoso	420 sccm
Mistura gasosa	90% Ar e 10% H ₂

Após a realização do ciclo de tratamento, as amostras foram preparadas metalograficamente e foram realizadas análises de microscopia ótica (Figura 5.11), para visualizar a camada enriquecida, e de composição química via microsonda de energia dispersiva de raios X (EDX) para determinação do perfil de concentração de Mo na amostras (Figura 5.12).

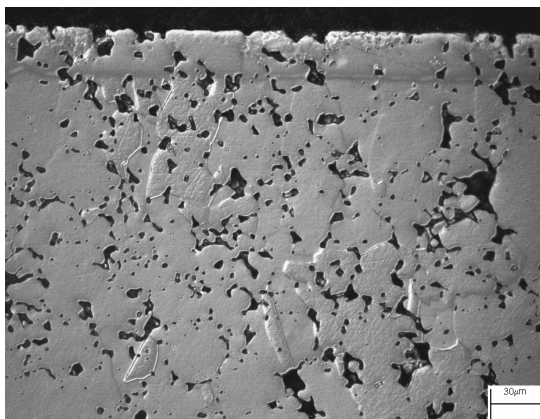


Figura 5.11 – Micrografia da seção transversal da amostra teste.

Percebe-se que o perfil de concentração está de acordo com a micrografia, pois a camada revelada tem em torno de 25 μm de profundidade, ponto a partir do qual a concentração de Mo cai bruscamente.

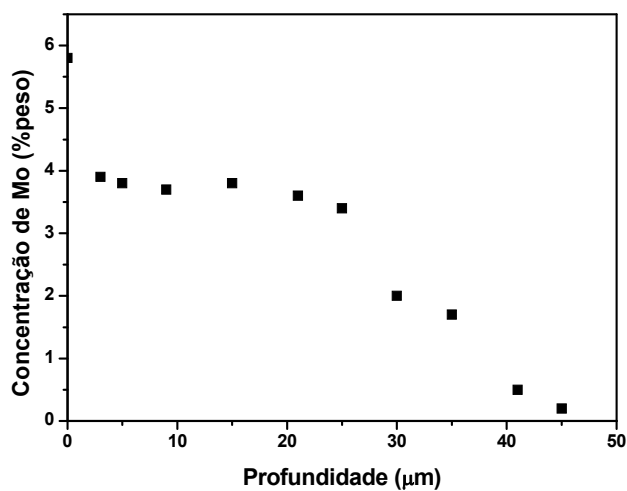


Figura 5.12 – Perfil de concentração do Mo na amostra teste.

Após a verificação da boa funcionalidade do equipamento projetado e construído e da demonstração da sua viabilidade para o tratamento de enriquecimento da superfície de materiais/peças, foram iniciados os testes sistemáticos de enriquecimento com molibdênio em ferro puro, o que será descrito no próximo capítulo.

6 ENRIQUECIMENTO DA SUPERFÍCIE COM MOLIBDÊNIO

Com o novo conceito de equipamento, que possui um sistema de aquecimento auxiliar resistivo, realizou-se um estudo sistemático do processo de enriquecimento da superfície de ferro puro sinterizado com Mo. Foram avaliados, principalmente, os seguintes aspectos e parâmetros no processo: configuração dos eletrodos, temperatura de tratamento e energia de bombardeamento (através da tensão aplicada). Para avaliar estes efeitos foram analisadas as superfícies das amostras e determinados os perfis de concentração de Mo a partir da superfície ao longo da profundidade das amostras.

6.1 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Nesta seção será descrita a metodologia empregada nos tratamentos de enriquecimento da superfície com Mo, bem como, o processo de obtenção de componentes e as técnicas de caracterização utilizadas.

6.1.1 Obtenção dos componentes ferrosos

Nos experimentos de variação da configuração dos eletrodos foram utilizadas amostras compactadas cilíndricas de 9,5 mm de diâmetro e aproximadamente 6 mm de altura. O pó utilizado foi de ferro puro DC 177 atomizado em água da Höganäs do Brasil Ltda., com tamanho de partícula na faixa de 30 a 200 μm , sendo que o tamanho médio é de, aproximadamente, 100 μm . Ao pó de ferro foi misturado 0,8% em peso de estearato de zinco, num misturador tipo “Y” com 35 rpm por 1 hora. A compactação das amostras foi realizada em matriz uniaxial de duplo efeito em uma prensa manual, a 600 MPa de pressão de compactação.

Para os experimentos de variação de temperatura e de energia de bombardeamento, foram utilizadas buchas sinterizadas, produzidas por um fornecedor do parceiro industrial. Estas buchas têm 22 mm de comprimento, 19 e 15 mm de

diâmetro externo e interno, respectivamente. Para a produção das buchas a empresa utilizou pó de ferro puro atomizado, misturado com 0,8% em peso de estearato de zinco, que age como lubrificante sólido durante o processo de compactação, realizado a 600 MPa. A sinterização foi realizada em atmosfera de 90% de N_2 e 10% de H_2 , em 1120 °C, por 30 min. Após resfriamento, as amostras foram calibradas para o ajuste dimensional.

6.1.2 Experimentos de enriquecimento da superfície com Mo

Os experimentos de enriquecimento da superfície com Mo foram realizados no reator a plasma com aquecimento auxiliar resistivo, sendo que os efeitos avaliados foram: configuração dos eletrodos, temperatura de tratamento e energia de bombardeamento dos íons.

6.1.2.1 Estudo da variação da configuração dos eletrodos

Com o objetivo de se avaliar a morfologia e a espessura da camada enriquecida com Mo, foram utilizadas três configurações de eletrodos: cátodo, ânodo e potencial flutuante, dispostas conforme a Figura 6.1. O resultado desta análise auxiliará na escolha da melhor configuração para a obtenção de uma camada enriquecida com Mo a ser utilizada nos experimentos posteriores.

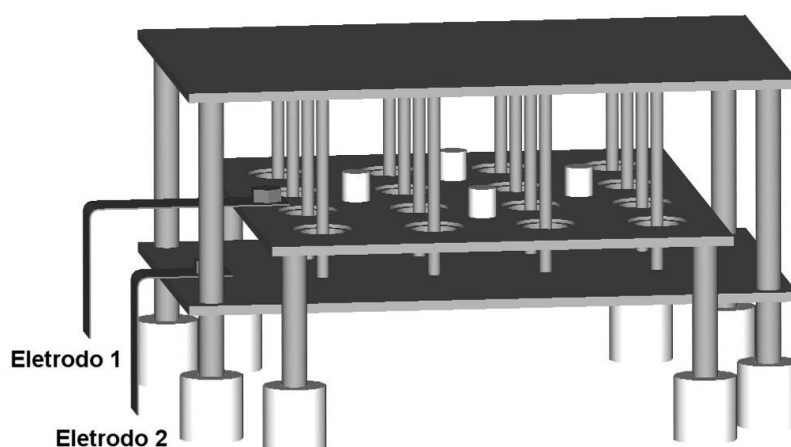


Figura 6.1 – Esquema do suporte de tratamento.

Para realizar a sinterização concomitante ao enriquecimento superficial com as amostras no cátodo, o eletrodo 1 foi polarizado e o eletrodo 2, aterrado. Na configuração ânodo, o eletrodo 2 foi polarizado e o eletrodo 1 foi aterrado. Para processar as amostras em potencial flutuante, o eletrodo 2 foi polarizado enquanto que o eletrodo 1 foi mantido sem ligação elétrica, tendo-se assim a flutuação do potencial deste eletrodo conforme a condição local da descarga elétrica.

Neste caso, foi necessário fazer um patamar de extração do lubrificante a 400 °C, durante 30 min, somente com aquecimento resistivo. O enriquecimento, simultâneo ao processo de sinterização, foi realizado a 1150 °C, por 1 h, tensão negativa de 700 V, t_{on} de 180 μ s, pressão de 200 Pa (1,5 Torr), fluxo gasoso de 7×10^{-6} m³/s (420 sccm) com 10% de H₂ e 90% de Ar.

6.1.2.2 Estudo da variação da temperatura de enriquecimento

O estudo do efeito da temperatura de enriquecimento foi realizado com buchas posicionadas em ânodo, dispostas no suporte de tratamento conforme Figura 6.2. As temperaturas utilizadas foram de 800, 1000 e 1150 °C, tempo de processamento de 1 h, tempo de pulso ligado (t_{on}) de 180 μ s, fluxo gasoso de 5×10^{-6} m³/s (300 sccm) com 10% de H₂ e 90% de Ar, tensão negativa de 700V e pressão de 133 Pa (1 Torr). Mantiveram-se os parâmetros de plasma constantes e o incremento de temperatura foi realizado com o aquecimento resistivo.

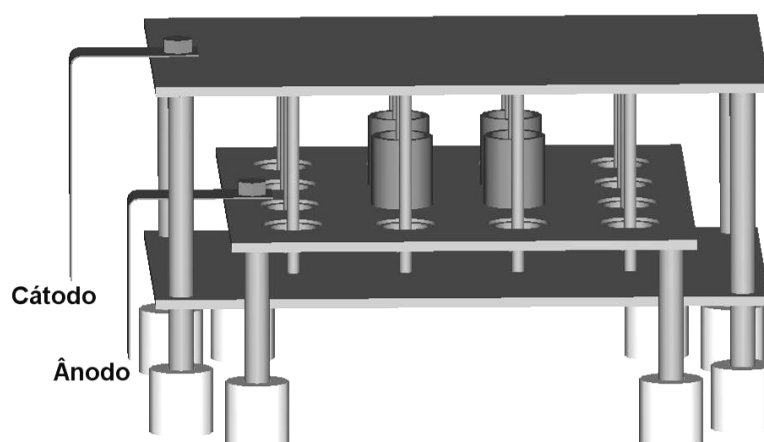


Figura 6.2 – Disposição das amostras no suporte de tratamento.

6.1.2.3 Estudo do efeito da energia de bombardeamento

Este estudo foi realizado também em buchas posicionadas no ânodo, e sua disposição é demonstrada na Figura 6.2. As tensões utilizadas foram de -500 e -700 V, temperaturas de 800 e 1150 °C, tempo de processamento de 1 h, t_{on} de 180 μ s, fluxo gasoso de 5×10^{-6} m³/s (300 sccm) com 10% de H₂ e 90% de Ar e pressão de 133 Pa (1 Torr).

6.1.3 Caracterização microestrutural das amostras processadas

6.1.3.1 Preparação metalográfica

Após sinterizadas e enriquecidas, as amostras foram cortadas longitudinalmente com disco de corte adiamantado, embutidas com resina epóxi de alta dureza (*Isofast – Struers*) para evitar o arredondamento das bordas das amostras. As amostras foram então lixadas, com lixas de SiC, e polidas com suspensão de Al₂O₃ e pasta de diamante. O ataque químico com Nital 2% foi realizado para revelar a microestrutura das amostras. Foi possível evidenciar a camada enriquecida com molibdênio, devido ao fato desta região ser menos atacada pelo reagente, criando assim um relevo característico, correspondente à espessura da camada enriquecida.

6.1.3.2 Microscopia ótica

As amostras tratadas foram caracterizadas por microscopia ótica, utilizando microscópio Leica – DM 4000 M com câmera digital acoplada (Leica DC 300). As imagens foram obtidas em tonalidades de cinza, utilizando luz polarizada para evidenciar a camada enriquecida. As imagens foram adquiridas com resolução de 2088 e 1550 *pixels* na vertical e horizontal, respectivamente.

6.1.3.3 Microscopia eletrônica de varredura

A análise topográfica das amostras, assim como a análise semi-quantitativa da composição química da região enriquecida foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo Philips XL-30, com microsonda de energia dispersiva de

raios X (EDX) acoplada. Foram realizadas imagens da superfície utilizando-se o detector de elétrons secundários (SE), com tensão de 20 kV e “spot” 5. Na análise de composição química foi utilizada tensão de 20 kV, “spot” 4,6 e área de varredura $30 \times 30 \mu\text{m}^2$, com aumento de 800 x e tempo total de contagem de 100 s. Eventualmente, foram adquiridas imagens adicionais com maiores aumentos, para identificar pontos específicos. Deve-se levar em consideração que a região de interação do feixe de elétrons com a matéria possui profundidade de aproximadamente $1 \mu\text{m}$.

Foram construídos perfis de concentração das amostras enriquecidas com Mo, seccionadas e preparadas para avaliação microestrutural. As análises foram realizadas com EDX, próximas ao topo da bucha, na parte interna do componente (Figura 6.3a). As condições utilizadas foram de 20 kV, “spot” 4,6, área de varredura de $4 \times 4 \mu\text{m}^2$, aumento de 800 x e tempo total de contagem de 100 s. Foi medida a distância do centro da área de varredura até a superfície para cada análise. Nas amostras cilíndricas foram feitas medidas na lateral e no topo (Figura 6.3b), nas mesmas condições.

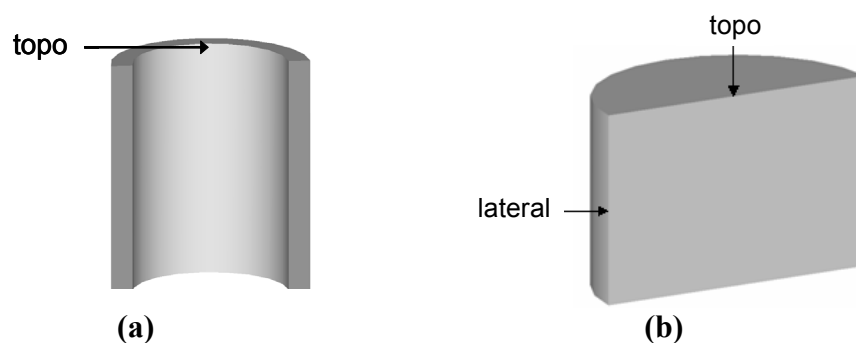


Figura 6.3 – Regiões de análises (a) nas buchas e (b) nas amostras cilíndricas.

6.2 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta seção serão apresentados e discutidos os resultados obtidos nos experimentos de enriquecimento superficial realizados, avaliando-se os efeitos da configuração de potencial aplicado, temperatura e energia de bombardeamento.

6.2.1 Efeito da configuração dos eletrodos

O entendimento de como se desenvolve a sinterização com enriquecimento superficial de Mo quando as amostras são posicionadas em diferentes configurações é fundamental para se otimizar o processo de deposição de Mo. Portanto, neste trabalho, amostras cilíndricas de ferro foram posicionadas em três diferentes configurações: cátodo, ânodo e potencial flutuante. Quando a amostra está posicionada em cátodo, a mesma é polarizada negativamente com uma tensão de 700 V, sendo bombardeada por íons e átomos neutros rápidos. Posicionada sobre o ânodo, a amostra apresenta potencial nulo, ou seja, 0 V, sendo bombardeada por elétrons e íons de baixa energia. E finalmente, na configuração de potencial flutuante, a amostra auto ajusta seu potencial para permanecer em equilíbrio com a descarga que a envolve, adquirindo tensões tipicamente da ordem de 20 a 140 V. Neste novo conceito de equipamento é possível modificar o potencial aplicado em qualquer momento do processamento, pois o mesmo possui um sistema de chaveamento que possibilita esta flexibilidade.

Na Figura 6.4 são apresentadas micrografias da superfície (topo) das amostras sinterizadas e enriquecidas no reator de plasma a 1150 °C, durante 1 h, nas três diferentes configurações: amostra posicionada em cátodo (a), em ânodo (b) e potencial flutuante (c).

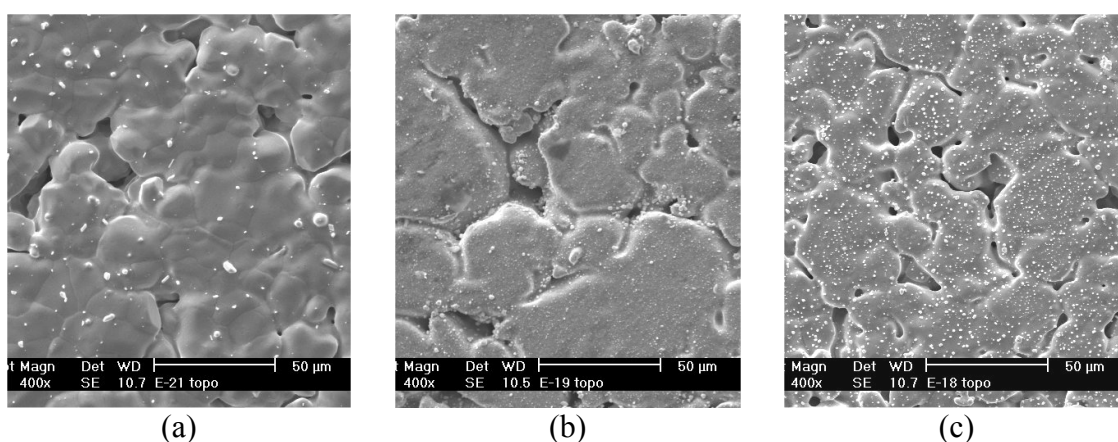


Figura 6.4 - Micrografias das superfícies das amostras sinterizadas em (a) cátodo, (b) ânodo e (c) potencial flutuante.

Quando a amostra é posicionada na configuração de cátodo, esta é bombardeada predominantemente por íons energéticos e neutros rápidos, ocasionando dois efeitos:

transferência de energia cinética para os átomos da superfície e pulverização catódica. Como os íons e neutros rápidos de argônio (40 u.m.a.) têm massa próxima dos átomos de ferro (55 u.m.a.), a função transferência de energia cinética é alta. Com isto, tem-se alta mobilidade dos átomos de ferro da superfície e, conseqüentemente, uma difusão ativada nesta região, resultando numa redução gradativa da porosidade da camada próxima a superfície das amostras. Admite-se que, nas amostras posicionadas sobre o cátodo, submetidas ao bombardeamento das espécies energéticas do plasma, cerca de 90% dos átomos arrancados por pulverização catódica recondensam na amostra (MASON e PICHILINGI, 1994), contribuindo para o crescimento dos contatos densificação de uma camada volumétrica junto à superfície da amostras. Além disso, o bombardeamento produz também uma maior geração de defeitos pontuais no volume próximo à superfície, logo, admite-se que nesta região se tenha uma maior difusão dos átomos, contribuindo para o fechamento dos poros nesta região (MALISKA, 2003). Como na configuração ânodo e potencial flutuante não ocorre o bombardeamento de íons enérgicos e neutros rápidos, este efeito de selamento da porosidade junto a superfície não é observado.

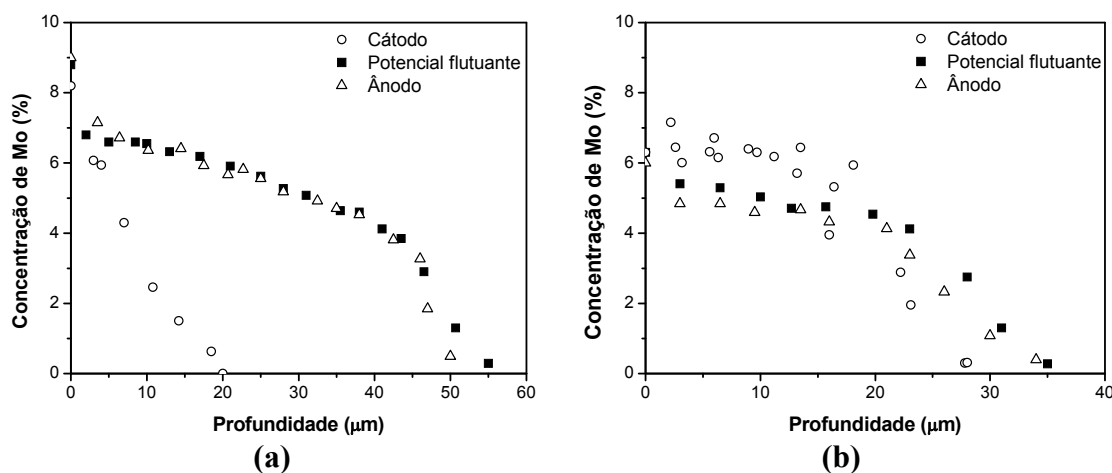


Figura 6.5 – Perfis de concentração de Mo (a) no topo e (b) na lateral das amostras.

Outro efeito observado é a presença de pequenas partículas de Mo na superfície das amostras tratadas. Este fenômeno de formação de aglomerados é descrito no item 3.4. Na amostra posicionada em cátodo foi observado um número muito menor destas partículas. Este fato pode ser atribuído a alguns fatores tais como: menor taxa de deposição; re-pulverização dos átomos de Mo depositados causada pelo

bombardeamento de íons e neutros rápidos e maior difusão dos átomos de Mo devido a maior quantidade de defeitos pontuais no volume próximo à superfície, conforme explicado anteriormente.

Foram determinados os perfis de concentração de Mo em duas regiões das amostras: topo e lateral, nas três diferentes configurações, sendo os resultados apresentados na Figura 6.5.

Observando os perfis obtidos no topo das amostras (Figura 6.5a), pode-se notar que aquelas sinterizadas no ânodo e no potencial flutuante apresentaram comportamento do enriquecimento com molibdênio praticamente idêntico. Próximo à superfície, ambas possuem uma concentração de aproximadamente 7%, em peso, sendo que o teor de Mo diminui para em torno de 4% a uma profundidade de aproximadamente $45\mu\text{m}$. Para profundidades maiores de $45\mu\text{m}$, observa-se uma redução abrupta da concentração de Mo. As micrografias da Figura 6.6, confirmam os resultados observados com os perfis de concentração de Mo mostrados na Figura 6.5.

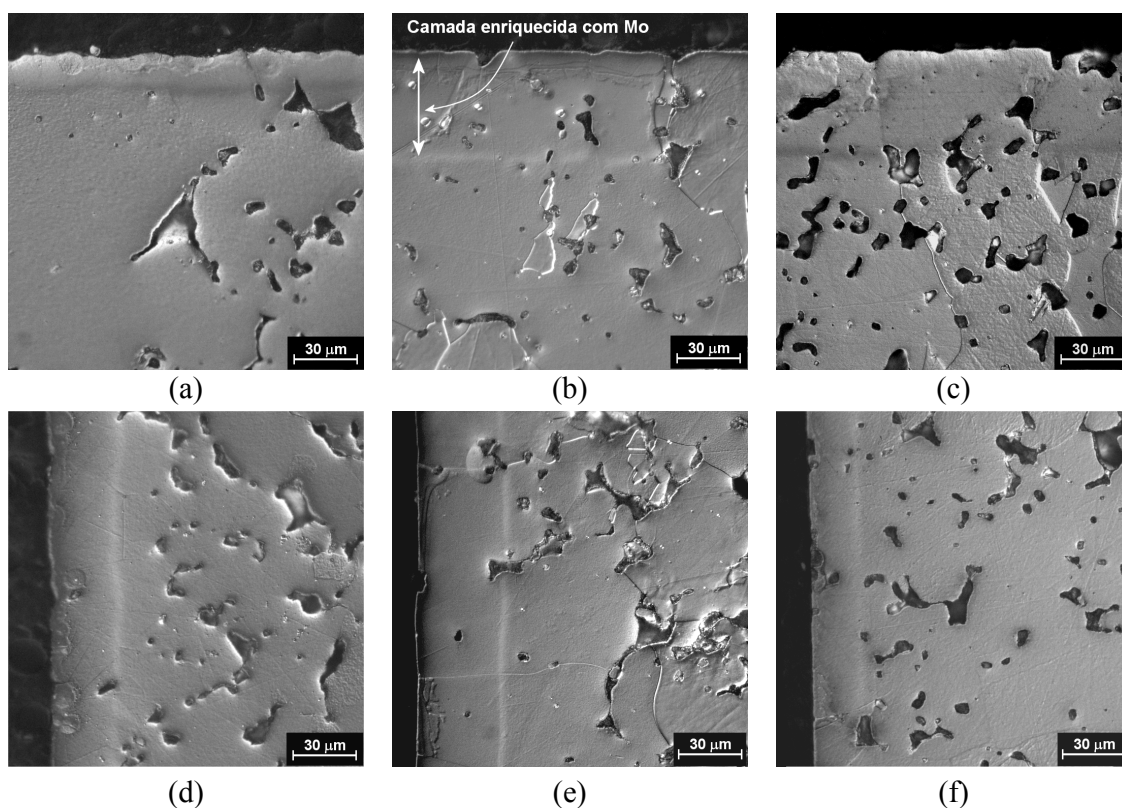


Figura 6.6 – Micrografia da seção das amostras sinterizadas e enriquecidas, no topo, posicionadas em (a) cátodo, (b) ânodo e (c) potencial flutuante; e região lateral, (d) cátodo, (e) ânodo e (f) potencial flutuante.

No caso da amostra sinterizada no cátodo a quantidade de Mo depositada no topo foi consideravelmente menor que nas demais configurações. Isto pode ser atribuído à disposição das amostras em relação à região onde ocorre a pulverização do cátodo, conforme mostrado na Figura 6.7.

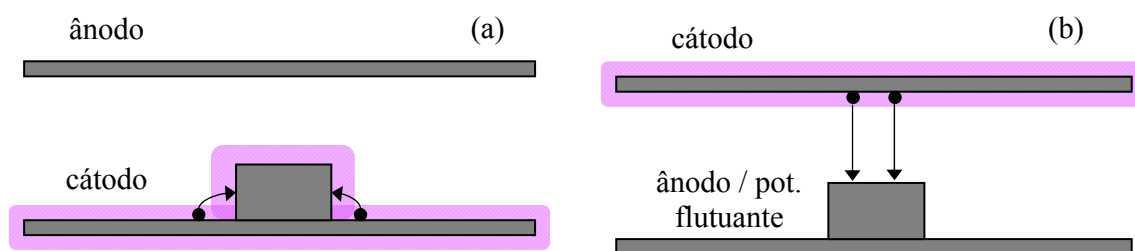


Figura 6.7 – Desenho esquemático do processo de enriquecimento superficial em (a) cátodo e (b) ânodo e potencial flutuante.

Conforme a Figura 6.7a, nas amostras sinterizadas no cátodo, os átomos de Mo pulverizados têm acesso dificultado à superfície do topo da amostra em virtude da sua posição em relação à área do cátodo de molibdênio onde ocorre a pulverização de Mo. Nas amostras sinterizadas no ânodo ou em potencial flutuante a maior deposição observada é atribuída ao fato das superfícies (do topo da amostra e do cátodo) se encontrarem dispostas em oposição (conforme Figura 6.7b). Na região lateral, o comportamento se modifica, os perfis se apresentam similares para as três configurações (Figura 6.5b). Nas amostras sinterizadas no cátodo, a quantidade de Mo depositada é maior que no topo, sendo este fato também atribuído à posição da superfície em relação àquela de onde são pulverizados os átomos de Mo. O mesmo se pode afirmar com relação às amostras sinterizadas no ânodo ou em potencial flutuante. Supõe-se que pelo fato da superfície lateral se encontrar na direção perpendicular em relação ao cátodo, tenha-se dificuldade em depositar Mo sobre a mesma.

Esperava-se uma deposição maior de Mo nas amostras sinterizadas e enriquecidas no cátodo que nas demais configurações. Isto porque os átomos arrancados do cátodo são termalizados próximo do mesmo, sendo a concentração de átomos de Mo na fase gasosa maior próximo ao cátodo (amostra). No entanto, a amostra também é bombardeada pelos íons e átomos neutros rápidos do gás e, conseqüentemente, também sofre pulverização catódica; portanto, supõe-se que parte dos átomos de Mo depositados na amostra são novamente arrancados. Logo, o fato da amostra se encontrar sobre o

cátodo não representou um aumento na taxa de deposição de Mo quando comparado com as amostras sinterizadas no ânodo ou em potencial flutuante.

6.2.2 Efeito da temperatura

Com o novo equipamento, contendo aquecimento auxiliar resistivo, foi possível avaliar o efeito da temperatura mantendo-se fixos os parâmetros de plasma. Estes experimentos foram realizados com o objetivo de se obter diferentes perfis de concentração de molibdênio nas amostras de ferro, bem como de validar o suporte de tratamento desenvolvido para o tratamento de superfícies cilíndricas internas de componentes (buchas de mancais).

Neste estudo, foram realizados experimentos de enriquecimento superficial em buchas sinterizadas, variando-se a temperatura de processamento (800, 1000 e 1150 °C) e mantendo-se os parâmetros de plasma fixos, com tensão negativa de 700 V. As micrografias da superfície das buchas, obtidas no MEV, são apresentadas na Figura 6.8, e suas respectivas concentrações de Mo na superfície, na Tabela 6.1.

Tabela 6.1 – Concentração de Mo na superfície das amostras tratadas em 700 V.

Temperatura de tratamento (°C)	Concentração superficial de Mo (% peso)
800	97
1000	66
1150	15

A partir destes resultados, pode-se observar que quanto menor a temperatura de tratamento, maior a quantidade de Mo na superfície e menor o tamanho dos aglomerados formados. Isto ocorre devido à baixa difusão, isto é, o Mo se acumula na superfície, pois a difusão para o interior do volume é muito lenta.

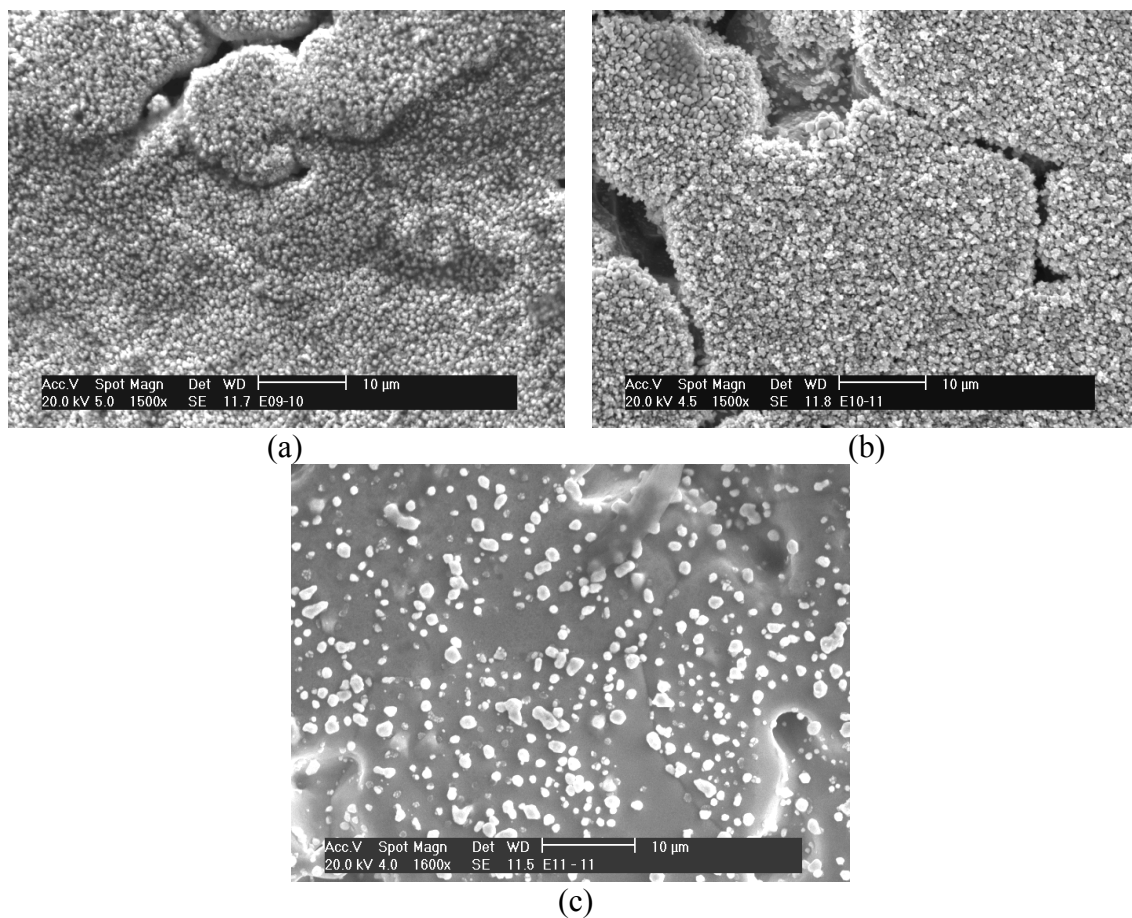


Figura 6.8 - Micrografias das superfícies das amostras enriquecidas em -700 V em (a) 800°C, (b) 1000 °C e (c) 1150 °C.

Na Figura 6.9 são apresentados os perfis de concentração de Mo obtidos. Observa-se que quanto maior a temperatura de tratamento maior a espessura da camada enriquecida devido a maior difusão. Pode-se perceber também que abaixo da concentração de Mo em que ocorre a estabilização da fase α (em torno de 3%), o perfil tem uma queda brusca, pois na fase γ a difusão é significativamente menor (PAVANATI et al. 2006). Na Figura 6.10b pode-se perceber que a espessura da camada enriquecida da amostra tratada a 1150 °C está de acordo com o perfil de concentração.

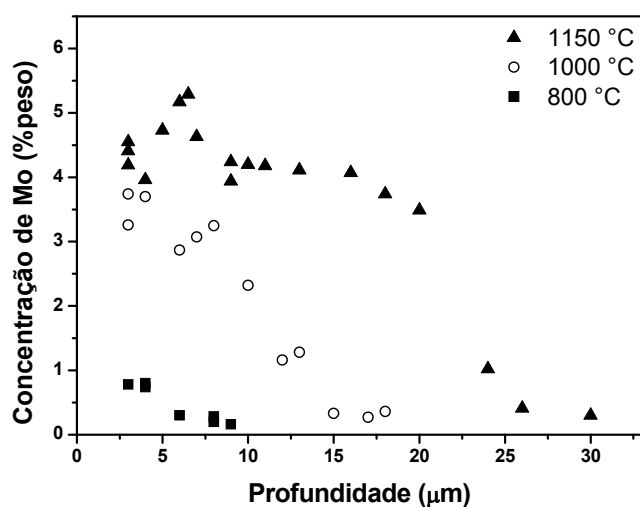


Figura 6.9 – Perfis de concentração de Mo nas amostras tratadas em potencial de 700 V a 800, 1000 e 1150 °C.

Observa-se, também, que houve heterogeneidade da camada enriquecida com Mo ao longo da bucha (Figura 6.10), sendo que a região do topo apresentou maior deposição, uma vez que está mais próxima da placa de cátodo superior.

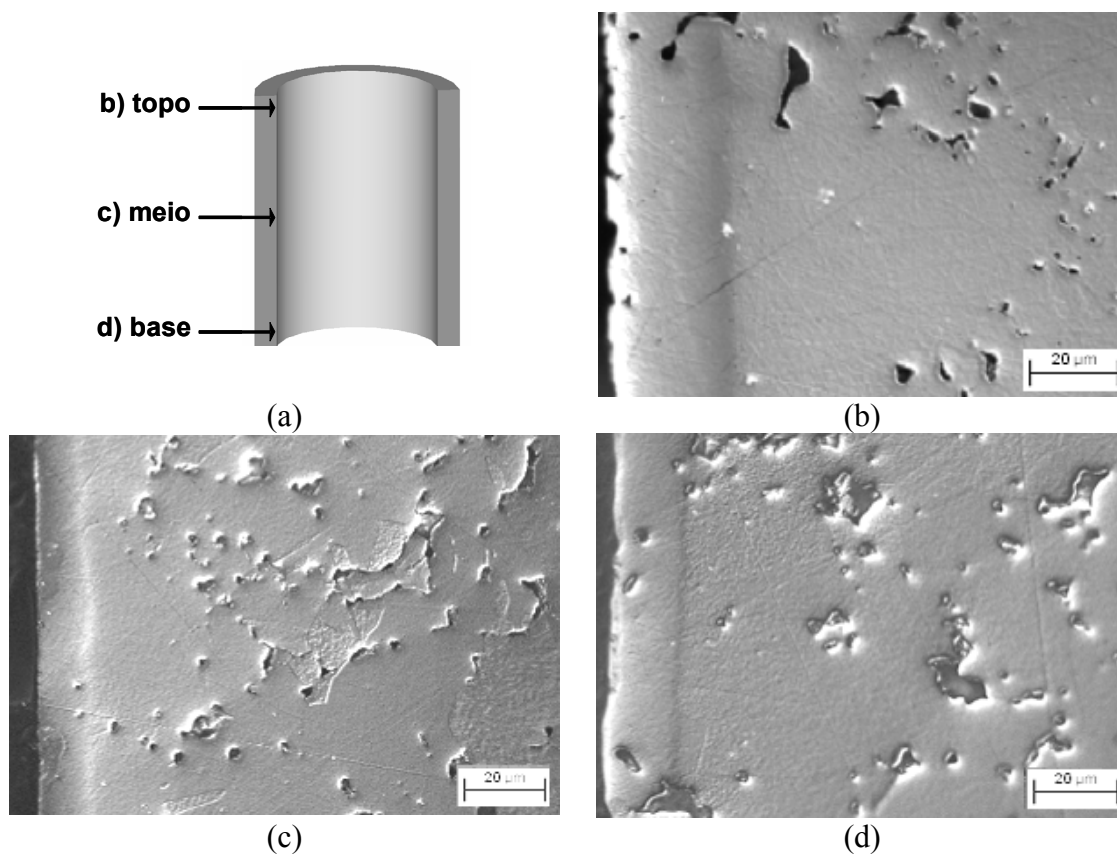


Figura 6.10 – Camadas enriquecidas em diferentes regiões ao longo da bucha.

6.2.3 Efeito da energia de bombardeamento

Como mencionado anteriormente (item 3.3), a eficiência da pulverização catódica é diretamente proporcional à energia de incidência média da espécie (E). E, de acordo com a equação 6.1, é possível escrever que a energia média dos íons (E_i) é diretamente proporcional à tensão aplicada ao cátodo e inversamente proporcional ao produto “ $p.d$ ” (pressão e espessura da bainha catódica, respectivamente). Esta relação “ $p.d$ ” é considerada relativamente constante para uma determinada tensão (V), ou seja, ao aumentar a pressão do gás, a espessura da bainha catódica diminui e vice-versa.

$$E_i \propto \left(\frac{V}{p \cdot d} \right) \quad \text{Eq. 6.1}$$

Portanto, neste estudo foi avaliado o efeito da energia de bombardeamento iônico no enriquecimento superficial, variando-se somente a tensão aplicada ao cátodo e mantendo os outros parâmetros constantes em duas temperaturas diferentes (800 e 1150 °C); o que foi possível de ser realizado no novo reator com aquecimento auxiliar resistivo.

Na Figura 6.11 são apresentados os perfis de concentração de Mo das amostras enriquecidas em 500 e 700 V, na temperatura de 1150 °C. É visível a maior taxa de deposição e penetração mais acentuada de molibdênio no material com o aumento da tensão da descarga, uma vez que a pulverização catódica é mais intensa, portanto, há um maior potencial químico de molibdênio na atmosfera de tratamento.

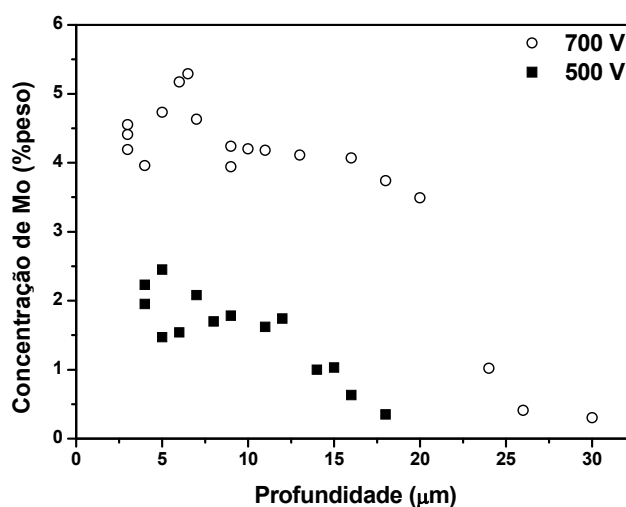


Figura 6.11 – Perfil de concentração de Mo das amostras enriquecidas a 1150 °C em 500 V e 700 V.

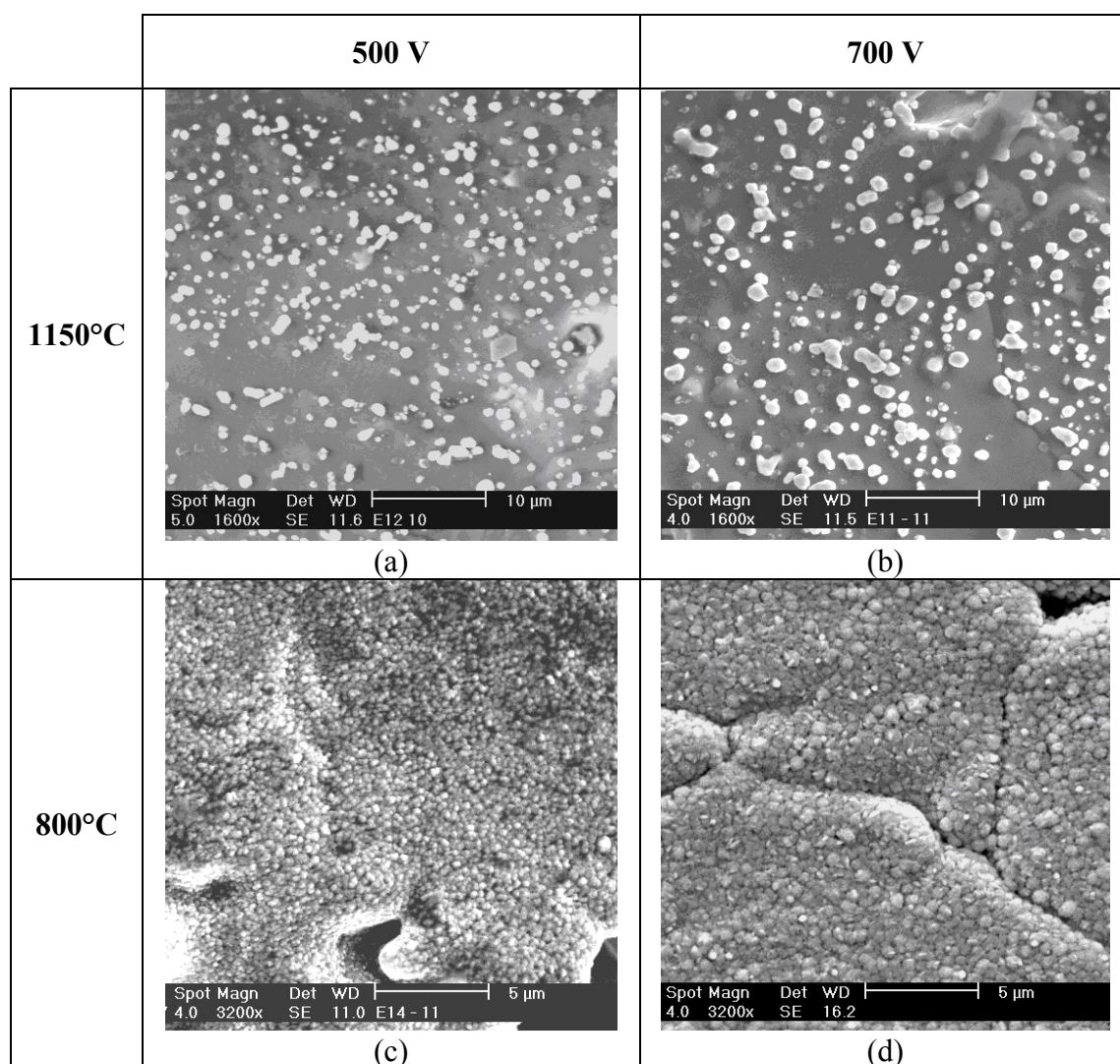


Figura 6.12 – Micrografias das superfícies das amostras enriquecidas a 1150 °C em (a) 500 V e (b) 700 V; e a 800°C em (c) 500 V e (d) 700 V.

As micrografias das superfícies das amostras tratadas em 1150 °C e 800 °C são apresentadas na Figura 6.12. Pode-se visualizar que os aglomerados formados na superfície das amostras tratadas em 500 V são menores do que os formados nos tratamentos em 700 V. Este fato é confirmado nos histogramas obtidos por análise de imagem, apresentados na Figura 6.13. Pode-se comprovar também que em temperaturas menores de tratamento, os aglomerados depositados são significativamente menores.

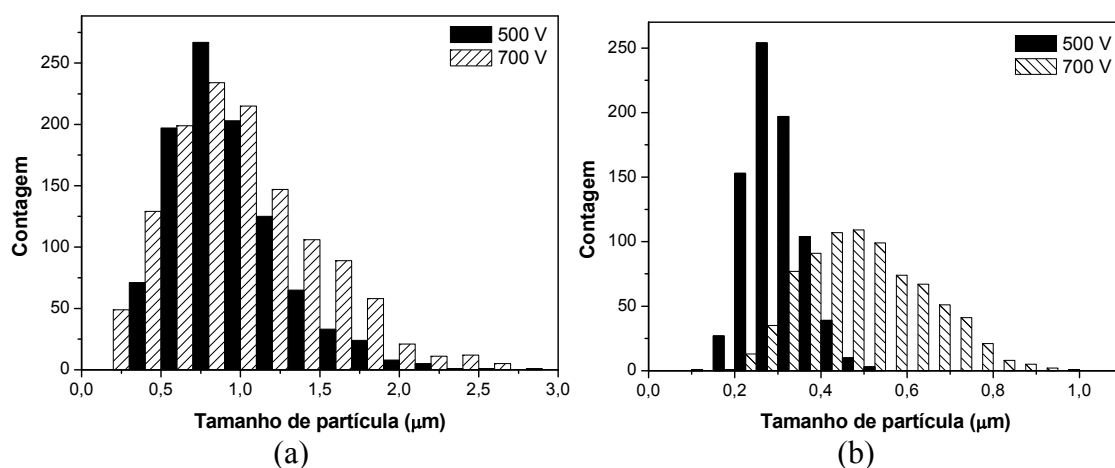


Figura 6.13 – Distribuição de tamanho dos aglomerados depositados na superfície das amostras enriquecidas em 500 e 700 V a 1150 °C (a) e 800 °C (b).

6.2.4 Modificações na área catódica

Com o intuito de diminuir a heterogeneidade da camada enriquecida superficialmente com molibdênio ao longo da parte interna da bucha, problema relatado no item 6.2.2, foram realizados cortes no suporte de tratamento, como demonstrado na Figura 6.14, diminuindo assim a área catódica acima e abaixo da bucha.

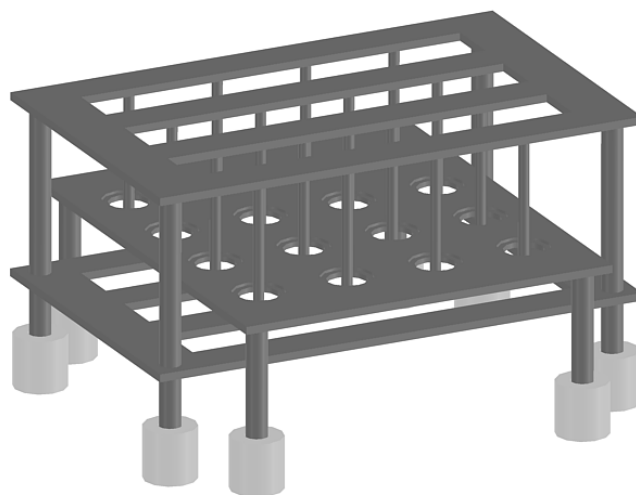


Figura 6.14 – Modificações no suporte de tratamento.

Com esta redução na área catódica foi possível também aumentar a flexibilidade dos parâmetros de plasma durante o processamento: pôde-se aumentar a pressão máxima sem que ultrapasse a temperatura de tratamento, como pode ser visualizado na Tabela 6.2.

Tabela 6.2 – Parâmetros de plasma após modificações no suporte.

Tensão (V)	Pressão (Torr)	Temperatura (°C)
300	12	800
400	11,2	1070
500	9,3	1150
600	4,6	1150
700	3,5	1150

Foi realizado então um ciclo de enriquecimento com 700 V, a 1150 °C, 3,5 Torr e demais parâmetros similares aos ensaios anteriores. Na Figura 6.15 são mostradas as regiões analisadas das buchas, bem como as respectivas micrografias da camada enriquecida com Mo. É possível constatar que ainda houve heterogeneidade da camada ao longo da bucha, sendo que na parte superior esta chega a ter o dobro de espessura, em relação à região do meio da peça.

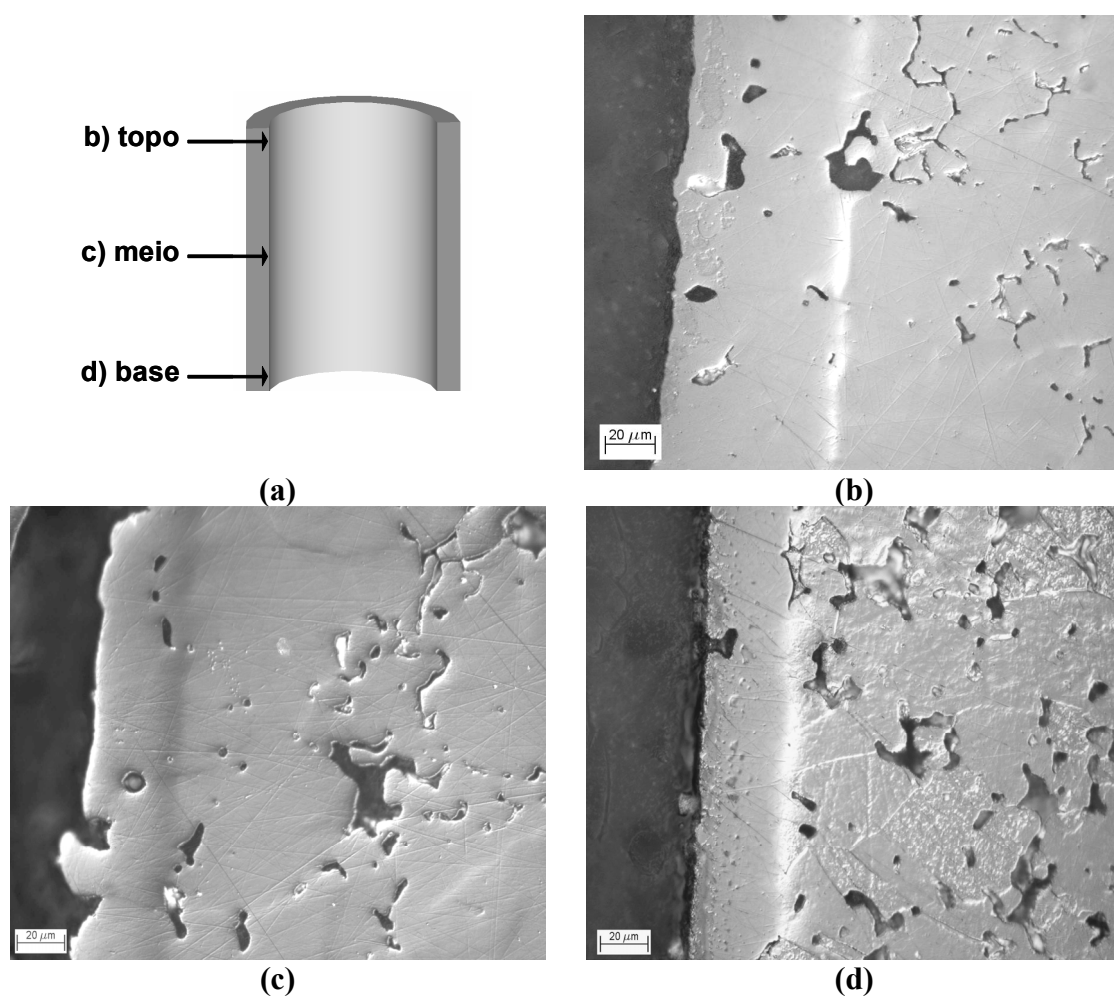


Figura 6.15 – Camadas enriquecidas em diferentes regiões ao longo da bucha.

Outro efeito observado é uma maior deposição de Mo, bem como, maior camada enriquecida no tratamento realizado em 3,5 Torr em relação ao tratamento realizado com 1 Torr, como pode ser confirmado nos perfis concentração da Figura 6.16. Supõe-se que, com o aumento da pressão dos gases na câmara, há um maior número de íons bombardeando o cátodo, o que favorece a pulverização catódica.

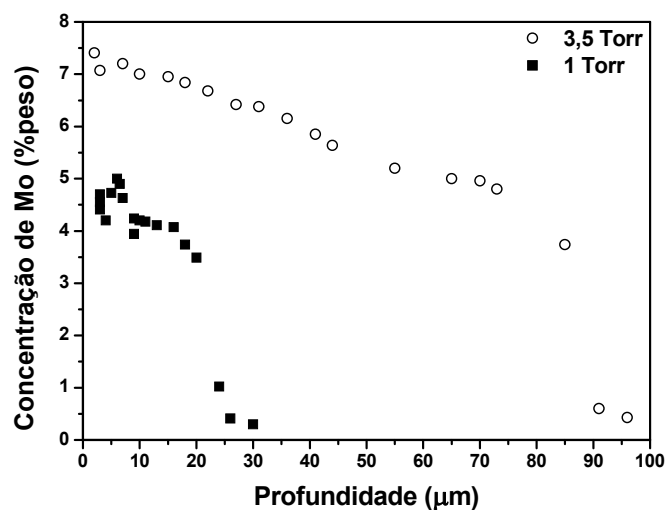


Figura 6.16 – Perfis de concentração de Mo com variação da pressão.

7 CONCLUSÕES E SUGESTÕES

7.1 CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos com o reator a plasma projetado e construído com aquecimento auxiliar resistivo, bem como, dos resultados obtidos com as análises realizadas nas amostras enriquecidas, pode-se relacionar alguns pontos conclusivos descritos a seguir.

7.1.1 Conclusões do projeto do reator

A metodologia baseada nos conceitos de *Pahl & Beitz*, mostrou-se uma ferramenta de projeto muito adequada para o caso de projeto de equipamentos, uma vez que conduz à tomada de decisões técnicas de forma seqüencial, baseadas em necessidades bem definidas, evitando com isto o chamado reprojeito;

O equipamento mostrou-se eficiente nos processos de sinterização e enriquecimento superficial por plasma, sendo que a principal contribuição do mesmo é o fato deste possuir resistências elétricas, que permitem maior flexibilidade para a programação dos parâmetros de processo.

7.1.2 Conclusões dos resultados obtidos nos estudos de enriquecimento da superfície com Mo

Amostras de ferro puro foram eficientemente sinterizadas e enriquecidas simultaneamente com molibdênio utilizando diferentes configurações de eletrodos. O enriquecimento ocorrido nas peças quando estas estavam posicionadas no cátodo não se revelou tão eficiente quanto o ocorrido com as amostras no ânodo e em potencial flutuante; no entanto, foi observada maior densificação da camada externa das amostras durante a sinterização devido ao bombardeamento iônico, que leva a ativação da sinterização. Observou-se a formação de uma camada enriquecida mais espessa na

lateral do que no topo quando as amostras se encontraram na configuração cátodo, enquanto que nas configurações ânodo e potencial flutuante a camada é ligeiramente maior no topo do que na lateral, sendo este fato atribuído à geometria da configuração. Não foram observadas diferenças significativas quando as amostras foram posicionadas em ânodo ou em potencial flutuante, nas condições estudadas, sendo estas as melhores configurações a serem utilizadas nestas condições.

Foram realizados experimentos com buchas sinterizadas, promovendo a modificação da composição química (enriquecimento com Mo) ao longo da superfície no interior das mesmas. As buchas processadas apresentaram heterogeneidade da camada enriquecida ao longo da peça, sendo que mesmo com alterações realizadas no suporte, este fenômeno não foi corrigido adequadamente, sendo necessárias modificações no projeto do suporte.

As buchas processadas em temperaturas mais baixas apresentaram menores camadas enriquecidas com Mo, porém alta concentração do elemento na superfície, chegando a praticamente 100 %, como no caso do tratamento em 800 °C.

Nos experimentos de enriquecimento de buchas com distintos valores da tensão de descarga, verificou-se que em -500 V há mais aglomerados depositados na superfície do que em -700 V; além disto, os aglomerados possuem menor tamanho.

Verificou-se, ainda, que a pressão exerce forte influência no tratamento de enriquecimento da superfície com Mo. As buchas processadas na pressão de 3,5 Torr apresentaram camadas enriquecidas em torno de três vezes mais espessas do que quando tratadas na pressão de 1 Torr.

7.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Automatizar o sistema de controle das fontes de plasma e das resistências, para facilitar a operação, a coleta e o armazenamento de dados.

Estudar a possibilidade de um processo homogêneo de enriquecimento superficial via pulverização catódica na região interna de buchas (ou peças similares), através de alterações no suporte e/ou no reator ou inclusão de dispositivo que promova a circulação forçada da atmosfera.

Realizar estudos sistemáticos de enriquecimento da superfície, mesclando dois ou mais ciclos, a fim de se obter diferentes perfis de concentração, podendo-se conseguir um filme de molibdênio sobre uma espessa camada enriquecida, que serve como suporte para o filme.

Realizar experimentos de nitretação e/ou cementação após o enriquecimento com Mo, em ciclo único ou não, com o objetivo de obter compostos duros (nitretos e/ou carbetos) na superfície enriquecida. Pode-se ainda comparar o estudo do enriquecimento da superfície com Mo em amostras de Fe puro e posterior cementação com o enriquecimento em amostras de aço carbono.

Realizar ensaios de tribologia para avaliar o efeito do tratamento na resistência ao desgaste do ferro puro enriquecido superficialmente com Mo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AKAO, Y. **Introdução ao desdobramento da qualidade**. Edição Brasileira, Fundação Christiano Ottoni, Escola de Engenharia da UFMG, 1996.

ALBERRY, P.J.; HAWORTH, C.W. Interdiffusion of Cr, Mo and W in iron. **Metal Science**, v.8, p.407-412, 1974.

ASM HANDBOOK Vol 03: **Alloy phase diagrams**. 10th. ed. ASM International, 512p., 1992.

BACK, N. **Metodologia de projeto de produtos industriais**. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 389 p., 1983.

BACK, N.; FORCELLINI, F.A. **Projeto de produtos**. Apostila do curso de pós-graduação em Engenharia Mecânica / UFSC, 2002.

BATISTA, V.J.; BINDER, R.B.; KLEIN, A.N.; MUZART, J.L.R. Sintering using an abnormal glow discharge, **The international Journal of Powder Metallurgy**, Princeton, NJ, v. 34, n. 8, p. 55-62, 1998.

BRANDES, E.A.; BROOK, G.B. **Smithells metals reference book**. 7th ed., Oxford: Butterworth Heinemann, 1992.

BRUNATTO, S.F. **Estudo e desenvolvimento do processo de sinterização de compactados de ferro com enriquecimento superficial simultâneo de elementos de liga em descarga elétrica de cátodo oco**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, 186f., Florianópolis, 2000.

BUDTZ-JORGENSEN, C.V.; KRINGHOJ, P.; BOTTIGER, J. The critical role of hydrogen for physical sputtering with Ar-H₂ glow discharges. **Surface and Coatings Technology**, v. 116-119, p. 938-943, 1999.

BUDTZ-JORGENSEN, C.V.; BOTTIGER, J.; KRINGHOJ, P., Energetic ion bombardment of the grounded anode in pulsed DC-glow discharges, **Surface and Coatings Technology**, v. 137, p. 104-110, 2001.

CHAPMAN, B.N. **Glow discharge processes: sputtering and plasma etching**. New York: J. Wiley & Sons, 406 p., 1980.

FOLKHARD, E. **Welding metallurgy of stainless steel**. Springer-Verlag Wien New York, 279 p., 1988.

FRIDMAN, A.; KENNEDY, L.A. **Plasma physics and engineering**. New York: Taylor & Francis Books, 853 p., 2004.

GERMAN, R.M. **Powder metallurgy science**. 2nd. ed. Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation, 472 p., 1994.

GERMAN, R.M. **Sintering theory and practice**. New York: J. Wiley & Sons, 550 p., 1996.

GETHIN, D.T.; et.al. An investigation of powder compaction processes. **The International Journal of Powder Metallurgy**, v.30, n. 4, p. 385-407, 1994.

JONES, C. K.; MARTIN, S. W.; STRUGES, D. J.; HUDIS, M. Ion nitriding, **Heat Treatment'73**, London, The Metal Society, p. 71-79, 1975.

KASOUF, C. J.; APELIAN, D.; GUMMESON, U. Opportunities and challenges of P/M: retrospective and prospective views of the industry, **The International Journal of Powder Metallurgy**, Princeton, NJ, v. 38, n. 4, p. 72-81, 2002.

KLEIN, A.N.; BINDER, R. **Reator piloto de nitretação por plasma**. Relatório do projeto para o programa PADCT-I / CNPq, 1995.

KLEIN, A.N. **Metalurgia do pó**. [Notas de Aula da Disciplina Processamento de Materiais a Partir do Pó, Florianópolis, 2004. Digitalizado.

LAWALL, I.T. **Estudo do processo de sinterização de compactados de ferro em descarga elétrica na configuração ânodo-cátodo confinado**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 110 f., 2001.

LENEL, F.V. **Powder metallurgy – principles and applications**. New York, USA, Metal Powder Industries Federation, 588 p., 1980.

LIEBERMAN, M.A.; LICHTENBERG, A.L. **Principles of plasma discharges and materials processing**. New Jersey: J. Wiley & Sons, 757 p., 2005.

LOURENÇO, J.M. **Evolução microestrutural de ferro puro e ligas ferrosas sinterizadas por plasma**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais), Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 149 f., 2004.

MALISKA, A. M.; PAVANATI, H. C.; KLEIN, A. N.; MUZART, J. L. R. The influence of ion energy bombardment on the surface porosity of plasma sintered ion. **Materials Science and Engineering A**, v. 352, p. 273-278, 2003.

MASON, R.S.; PICHILINGI, M. Sputtering in a glow discharge ion source – pressure dependence: theory and experiment. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 27, n. 11, p. 2363-2371, 1994.

MENDES, L.A. **Desenvolvimento e validação de um reator piloto para processamento de materiais por plasma**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 264 f., 2001.

MUZART, J.L.; et al. Plasma sintering of AISI 316L stainless steel: the influence of the processing cycle on the sample density. **Proceedings of Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials – 1997**, Part 3, p.77-84, MPIF, 1997.

NARASIMHAN, K.S. Sintering of powder mixtures and the growth of ferrous powder metallurgy, **Materials Chemistry and Physics**, v. 67, p. 56-65, 2001.

OGLIARI, A. **Sistematização da concepção de produtos auxiliada por computador com aplicações no domínio de componentes de plásticos injetados**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 349 f., 1999.

PAHL, G.; BEITZ, W. **Engineering design – a systematic approach**. 2.ed. Springer, 1996.

PAVANATI, H.C. **Sinterização de ferro puro com enriquecimento superficial simultâneo de cromo em descarga elétrica em regime anormal**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais), Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 190 f., 2005.

PAVANATI, H.C.; LOURENÇO, J.M.; MALISKA, A.M.; KLEIN, A.N.; MUZART, J.L.R. Ferrite stabilization induced by molybdenum enrichment in the surface of unalloyed iron sintered in an abnormal glow discharge. Em preparação, 2006.

PEREZ, R.L. **Sistematização da avaliação do desempenho do processo de projeto de produto**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 181 f., 2003.

PIVIN, J. An overview of ion sputtering physics and practical implications. **Journal of Materials Science**, v. 18 p. 1267-1290, 1983

SANTOS, M.A. **Estudo da remoção de ligantes orgânicos em amostras produzidas por injeção de pós metálicos usando descargas elétricas**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais), Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 132 f., 2002.

THELNING, K.E. **Steels and its heat treatment**. 2nd ed. Butterworths, 450 p., 1984.

THÜMMLER, F.; OBERACKER, R. **Introduction to powder metallurgy**. Cambridge: The Institute of Materials, 332 p., 1993.

VAN STRAATEN, M.; BOGAERTS, A.; GIJBELS, R. Experimental determination of the energy distribution of ions bombarding the cathode surface in a glow discharge. **Spectrochimica Acta B**, v. 50, n. 4-7, p. 583-605, 1995.

VON ENGEL, A. **Ionized gases**. AIP Press, Woodbury, NY, 228 p., 1994.